

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Физико-технический
Направление подготовки Физика конденсированного состояния вещества
Кафедра ОФ

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Диагностика процесса распыления и исследование структуры покрытий оксинитридов титана, осажденных методом реактивного магнетронного распыления

УДК 621.793

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ41	Сунь Чжилэй		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Проф. каф. ЭФ	Пичугин В.Ф.	д.ф.-м.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Верховская М.В.	к.ф.н		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Федорчук Ю.М.	д.т.н		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Общей Физики	Лидер А.М.	к.ф.-м.н.		

Томск – 2016 г.

Результаты обучения

Кодрезультата	Результат обучения (Выпускник должен быть готов)	Требования ФГОС, критериев и/или заинтересованных сторон
<i>Общекультурные (универсальные) компетенции</i>		
P1	Понимает необходимость самостоятельного обучения и повышения квалификации в течение всего периода профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-7), критерий 5 АИОР
P2	Проявляет способность эффективно работать самостоятельно в качестве члена команды по междисциплинарной тематике, быть лидером в команде, консультировать по вопросам проектирования научных исследований, а также быть готовым к педагогической деятельности.	Требования ФГОС (ОК-6, ПК-11), критерий 5 АИОР
P3	Умеет находить зарубежных и отечественных партнеров, владеет иностранным языком, позволяющим работать с зарубежными партнерами с учетом культурных, языковых и социально-экономических условий.	Требования ФГОС (ОК-2, ОК-4), критерий 5 АИОР
P4	Проявляет понимание используемых методов, области их применения, вопросов безопасности и здравоохранения, юридических аспектов, ответственности за профессиональную деятельность и ее влияния на окружающую среду.	Требования ФГОС (ОК-3), критерий 5 АИОР
P5	Следует кодексу профессиональной этики, ответственности и нормам научно-исследовательской деятельности.	Требования ФГОС (ОК-5), критерий 5 АИОР
<i>Профессиональные компетенции</i>		
P6	Проявляет глубокие естественнонаучные, математические профессиональные знания в проведении научных исследований в перспективных областях профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-1, ПК-1), критерий 5 АИОР
P7	Принимает участие в фундаментальных исследованиях и проектах в области физики низких температур, конденсированного	Требования ФГОС (ПК-2), критерий 5 АИОР

	состояния и материаловедения, а также в модернизации современных и создании новых методов изучения механических, электрических, магнитных и тепловых свойств твердых, жидких и газообразных веществ.	
P8	Способен обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научной деятельности.	Требования ФГОС (ПК-4), критерий 5 АИОР
P9	Способен применять полученные знания для решения нечетко определенных задач, в нестандартных ситуациях, использует творческий подход для разработки новых оригинальных идей и методов исследования в области физики конденсированного состояния, низких температур и сжижения природного газа.	Требования ФГОС (ПК-3), критерий 5 АИОР
P10	Способен планировать проведение аналитических имитационных исследований по профессиональной деятельности с применением современных достижений науки и техники, передового отечественного и зарубежного опыта в области научных исследований, умеет критически оценивать полученные теоретические и экспериментальные данные и делает выводы, знает правовые основы в области интеллектуальной собственности.	Требования ФГОС (ОК-4, ПК-6, ПК-7, ПК-8, ПК-9), критерий 5 АИОР
P11	Умеет интегрировать знания в различных и смежных областях научных исследований и решает задачи, требующие абстрактного и креативного мышления и оригинальности в разработке концептуальных аспектов проектов научных исследований.	Требования ФГОС (ОК-5, ПК-10), критерий 5 АИОР

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	– проведение литературного обзора; – исследование плазмы разряда; – исследование структуры покрытий; – исследование основных физико-механических свойств покрытий.
---	---

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы

Раздел	Консультант
Социальная ответственность	Федорчук Юрий Митрофанович
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Верховская Марина Витальевна

Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:

--

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
---	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Проф. каф. ЭФ	Пичугин В.Ф.	д.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ41	Сунь Чжилэй		

Министерство образования и науки Российской Федерации
 Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
 высшего профессионального образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт – Физико-технический
 Направление подготовки – физика конденсированного состояния
 Кафедра Общей физики
 Уровень образования – Магистр
 Период выполнения – весенний семестр 2015/2016 учебного года

Форма представления работы:

Магистерская диссертация

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
15.05.2014 г.	Обзор литературы	20
20.05.2014 г.	Объект и методы исследования	25
23.05.2014 г.	Расчет и аналитика	25
15.05.2014 г.	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	15
12.05.2014 г.	Социальная ответственность	15

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Проф. каф. ЭФ	Пичугин В.Ф.	д.ф.-м.н.		

СОГЛАСОВАНО:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Общей физики	Лидер А.М.	к.ф.-м.н.		

Реферат

Данная выпускная квалификационная работа содержит 126 с, 35 рисунков, 21 таблиц, 20 источников.

Целью работы является определение параметров плазмы, исследование структуры и основных физико-механических свойств покрытий оксинитридов титана TiO_xN_y , осажденных методом магнетронного распыления при различных режимах напыления.

В работе представлены теоретические основы по биоматериалам, методам осаждения покрытий, диагностики плазмы и структурного анализа.

В ходе работы был определен фазовый состав, параметры решетки, шероховатость, твердость (H) и модуль Юнга (E) полученных покрытий.

Полученные результаты позволяют установить возможность использования данных покрытий для модифицирования поверхности медицинских имплантатов.

Ключевые слова: покрытие оксинитридов титана, реактивное магнетронное распыление, оптическая спектроскопия, зонд Ленгмюра, структурный анализ, эллипсометрия, биоматериалы.

Содержание

Введение.....	11
1. Теоретическая часть.....	14
1.1 Биоматериалы и покрытия на основе оксинитридов титана	14
1.2 Метод реактивного магнетронного распыления.....	16
1.3 Метод определения состава и режима распыления.....	18
1.4 Диагностика плазмы двойным зондом Ленгмюра.....	21
1.5 Влияние подложки на рост пленки.....	23
1.6 Измерение толщины покрытия методом эллипсометрии	25
2. Описание установки магнетронного распыления	27
2.1 Установка импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ”	28
2.2 Диагностика плазмы магнетронного разряда. Эмиссионная оптическая спектроскопия.....	31
2.3 Двойной зонд Ленгмюра.	33
2.4 Измерение температуры подложки термопарой.....	34
2.5 Измерение толщины покрытия спектральным эллипсометром	35
2.6 Методы структурного анализа.....	36
3. Результаты диагностических исследований плазмы и их обсуждение...37	37
3.1 Определение состава плазмы и режима распыления методом ОЭС	37
3.2 Исследование зависимости температуры подложки от времени.....	45
3.3 Измерение параметров плазмы двойным зондом Ленгмюра.....	47
3.3.1 Усреднение исходной вольтамперной характеристики.....	47
3.3.2 Характеристики плазмы	50
3.4 Измерение толщины покрытий на подложке из кремния.....	52
3.5 Структура и основные физико-механические характеристики осажденных покрытий оксидов и оксинитридов титана	53
Заключение.....	65

Список литературы	67
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	70
Введение	70
4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	70
4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования	70
4.1.2 Технология QuaD.....	71
4.1.3 SWOT-анализ.....	73
4.2 Планирование научно-исследовательских работ.....	77
4.3 Определение трудоемкости выполнения работы.....	80
4.4 Разработка графика проведения научного исследования	80
4.5 Бюджет научно-технического исследования	84
Вывод.....	89
5. Социальная ответственность.....	93
Введение	93
5.1 Техногенная безопасность.....	93
5.1.1 Микроклимат.....	94
5.1.2 Электромагнитное излучение.....	95
5.1.3 Шум	97
5.1.4 Освещенность.....	98
5.1.5 Электробезопасность.....	101
5.1.6 Пожаровзрывоопасность	104
5.2 Организационные мероприятия обеспечения безопасности.....	107
5.3 Охрана окружающей среды.....	108
5.4 Особенности законодательного регулирования проектных решений ...	108
5.5 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	110
Вывод.....	112
1. Theoretical part.....	114

1.1 Biomaterials and coatings based on titanium oxynitrides	114
1.2 Magnetron sputtering technology	116
1.3 Method of determining plasma composition and sputtering mode.....	118
1.4 Langmuir double probe diagnostic of plasma.....	120
1.5 Impact of substrate on growth of film.....	122
1.6 Measurement of film thickness by using ellipsometry	124

Введение

Проблема биосовместимости материалов, применяемых в имплантологии, является одной из актуальных проблем медицинского материаловедения. По результатам современных исследований, взаимодействие между имплантатом и организмом носит характер агрессии. Имплантат вторгается в организм, а организм его принимает как инородное тело и пытается ударить его из тела. В связи с этим существует насущная необходимость в нанесении на материалы медицинских имплантатов биосовместимых покрытий, обладающих свойствами бионейтральности или биоактивности, которые при введении в человеческий организм не только не ухудшают его деятельность, а наоборот, стимулируют процессы регенерации тканей.

На сегодняшний день биосовместимые покрытия на основе оксидных материалов широко используются в области медицины благодаря своим уникальным свойствам. По характеру отклика организма на имплантат биоматериалы разделяются на 3 подгруппы: биотолерантные, биоинертные и биоактивные. Титан и его сплавы относятся к биоинертным. Нанесение покрытий на основе титана и оксинитридов титана на медицинские имплантаты в настоящее время служит хорошим вариантом для решения проблемы их биосовместимости. Например, покрытия на основе оксинитридов титана используются в сосудистой хирургии, в качестве покрытий на стенты и способны улучшить антитромбогенные свойства сердечно-сосудистых имплантатов.[1]

Существует много методов нанесения покрытия на имплантаты: метод термического испарения, метод дугового распыления, метод магнетронного распыления, и химические, например золь-гель метод и др.[2] С учетом требований к биосовместимым покрытиям широко используется метод реактивного магнетронного распыления, который имеет следующие преимущества: позволяет контролировать рост покрытий, избежать от

перегрева подложки и загрязнения пленки большой степени, и позволяет получить равномерные по толщине пленки на большой площади подложки.

В случае нанесения покрытий методом магнетронного распыления состояние полученных покрытий прямо связано с плазмой разряда, при этом для создания покрытий с заданными свойствами необходимо провести диагностику плазмы при различных режимах распыления. Это позволит контролировать параметры получаемых покрытий, как следствие прогнозировать параметры покрытий до их нанесения.

В модели магнетронного распыления для плазмы определенного состава ее состояние определяется, главным образом, температурой и концентрацией электронов, и на эти 2 параметра оказывают влияние мощность разряда, давление газа, плотность тока разряда, смещение и др. Кроме этого, температура подложки, ее состав и степень частоты тоже влияют на процесс осаждения покрытия и ее качество.

Спектральный состав плазмы позволяет получить метод оптической эмиссионной спектрометрии (ОЭС) для определения состава плазмы и зондовый метод Ленгмюра для определения температуры и концентрации электронов.

После отработки модели распылительной системы, необходимо убедиться в целостности и отлаженности модели распыления. Для этого при моделированных режимах напыления были получены пленки с ожидаемыми свойствами и проведено их физико-механическое испытание.

После получения покрытий на подложке следует исследовать их возможность применения. При этом необходимо исследовать структуру полученных покрытий, чтобы выбрать оптимальные режимы распыления.

В связи с вышеизложенным может быть сформулирована основная задача исследований. Диагностика плазмы магнетронного разряда, отработка режимов

напыления оксинитридных покрытий титана и исследование основных физико-механических характеристик покрытий. Данные о параметрах плазмы могут быть использованы для дальнейшего построения модели импульсного реактивного магнетронного разряда при изменяемых параметрах напыления.

1. Теоретическая часть

1.1 Биоматериалы и покрытия на основе оксинитридов титана

На сегодняшний день биоматериалы должны обладать такими свойствами, как химическая совместимость, например, отсутствие нежелательных химических реакций с тканями и межтканевыми жидкостями, отсутствие коррозии; физические и механические свойства, например, прочность, трещиностойкость, сопротивление замедленному разрушению, износостойкость; биологические свойства, например, отсутствие реакций со стороны иммунной системы.[3]

Биоматериалы делятся на три группы:

1) Биоактивные материалы — это биоматериалы, вызывающие и регулирующие биологическую активность окружающей биологической среды вследствие своих физико-химических свойств. К биоактивным материалам относятся покрытия на основе гидроксиапатита, трикальцийфосфатной керамики и т.п.

2) Биоинертные материалы — это материалы, которые практически не взаимодействуют с окружающей биологической средой, и не вызывают реакции отторжения. Они представлены титаном, цирконием, золотом, корундовой керамикой, стеклоуглеродом, никелидом титана.

3) Биотолерантные материалы не резорбируются, не вступают в метаболизм, но способны обеспечить адсорбцию белков на своей поверхности. К биотолерантным материалам относятся: нержавеющая сталь, хром-кобальтовый сплав. В настоящее время биотолерантные материалы почти не применяются из-за развития толстой фиброзной капсулы и кратковременного эффекта.

Титан и его оксинитриды относятся к биоинертным материалам, и

благодаря своим уникальным свойствам широко используются в медицине.

Титан используется для изготовления медицинских инструментов, благодаря своим свойствам, например высокой прочности, легкости, коррозионной стойкости и биосовместимости. Его оксиды и нитриды, используются в сосудистой хирургии, в качестве покрытий на стенты и способны улучшить антитромбогенные свойства сердечно-сосудистых имплантатов.[4]

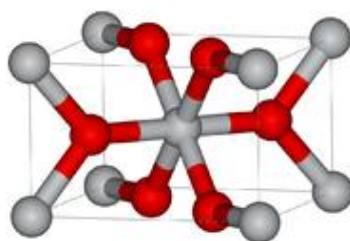
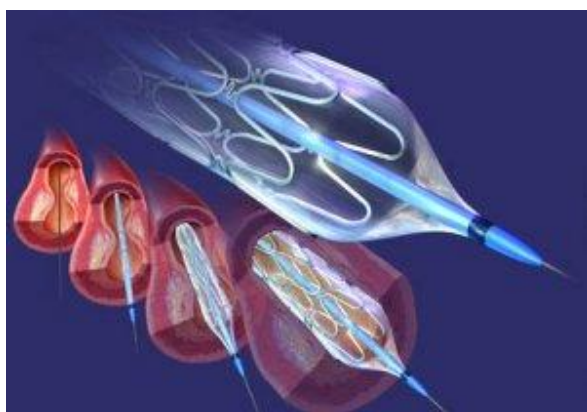


Рис. 1 Диоксид титана в рутильной форме. Ti – серый цвет, O - красный цвет.



а)



б)

Рис. 2 Использование оксинитридов титана.

а) стент для сосудистой хирургии, б) искусственная кость колена.

В природе оксид титана TiO_2 , существует в виде кристаллов с тетрагональной сингонией (анатаз, рутил) и ромбической сингонией (брукит). Структура TiO_2 в рутильной форме представлена на рисунке 1, Искусственно получены еще две модификации высокого давления — ромбическая IV и гексагональная V.

Создание перспективных биоматериалов имеет существенную

актуальность. Они помогают людям полноценно жить, избавляют от боли. Они помогают снова двигаться, видеть и чувствовать себя живым. На сегодняшний день наблюдается интенсивное развитие этой области медицинского материаловедения, и работа, связанная с биоматериалами, всегда представляет собой одну из самых важных.

1.2 Метод реактивного магнетронного распыления

Для нанесения тонких пленок на основе металлов и их сплавов существует много методов, из них широко используется метод реактивного магнетронного распыления, благодаря своим преимуществам: позволяет контролировать роста покрытий, избежать от перегрева подложки и загрязнения пленки большой степени, и позволяет получить равномерные по толщине пленки на большой площади подложки. И этот метод позволяет контролировать состав пленки толщиной порядка ста нанометров.

Суть метода заключается в распылении мишени (титан) в вакуумной камере в газовой среде, состоящей из инертного газа и реактивных газов. На рисунке 3 показана схема системы магнетронного распыления.

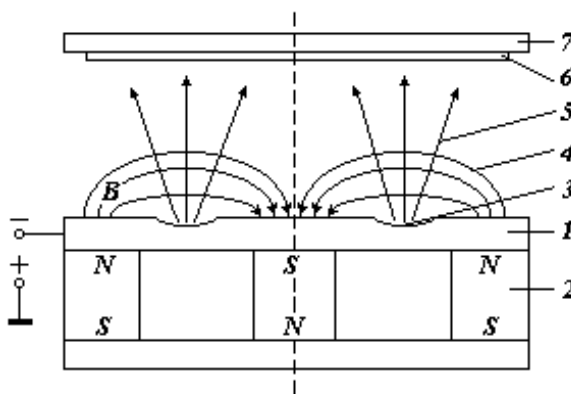


Рис 3. Схема системы магнетронного распыления:

1 - мишень; 2 - магнитная система; 3 - зона распыления; 4 - магнитные линии; 5 - поток распыляемых частиц; 6 - подложка; 7 – держатель подложки.

На катод подается электрический потенциал, в результате чего электроны, имитируемые из катода захватываются в "магнитную ловушку" магнетрона.

В процессе движения в газовой среде электроны могут сталкиваться с атомами или молекулами газа (аргон, например) и их возбуждать путем передачи энергии, и при переходе возбужденных атомов газа в основное состояние возникает испускание характеристических фотонов. Также происходит ударная ионизация атомов, в результате этого количество электронов увеличивается, и вероятность столкновения электронов с атомами также увеличивается. Под действием электрического поля положительные ионы двигаются к катоду (титан) и его бомбардируют, при этом атомы титана могут получить достаточную энергию, чтобы покинуть катод, как показано на рисунке 4.

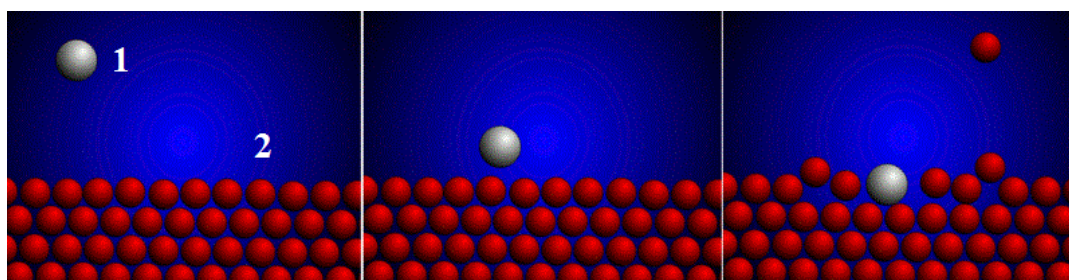


Рис.4 Схема распыления мишени: 1—положительный ион газа, 2—мишень из титана.

В процессе движения атомов титана от катода до подложки непрерывно происходят процессы возбуждения и ионизация. В результате на поверхности подложки формируется покрытие из чистого титана. Это объясняет причину необходимости использования инертного газа для получения металлического покрытия. Такой процесс соответствует случаю распыления титана в однокомпонентной газовой среде инертного газа, такой режим распыления называется металлическим. При распылении титана в газовой среде реактивных газов в камере происходят процессы реактивной реакции атомов титана, например, окисление. Реакция металла с реактивными газами приводит к образованию новых химических связей непосредственно в камере, в результате

можно получить пленки из химических соединений титана с реактивными газами.

Магнитное поле в системе распыления увеличивает вероятность соударения электронов за счет их высокой концентрации в прикатодном пространстве. Известно, что в магнитном поле под действием силы Лоренца ионы и электроны двигаются по спирали, и это приводит к удлинению их траекторий движения. Кроме этого, в довольно сильном магнитного поля электрон возвращается на катод с почти нулевой скоростью и снова начинает двигаться под ускоряющим действием биполярного сигнала электрического поля. Для предотвращения “налипания” электронов на поверхность магнетрона и предотвращения преждевременного гашения разряда, сигнал магнетрона имеет ассиметричный биполярный сигнал, для разрядки и очистки поверхности катода от оксидных слоев. Электрон дрейфует вдоль поверхности катода в направлении, перпендикулярном электрическому и магнитному полям. Таким образом, электрон будет всегда находиться в "ловушке", пока он не сталкивается с другой частицей[5]. После столкновения электрон перейдет на новую траекторию, расположенную немного дальше от прошлой и так до тех пор, пока электрическое и магнитное поля не ослабнет. Электрическое поле ослабляется из-за плазменной экранировки, а магнитное за счет удаления от полюсов магнитной системы.

1.3 Метод определения состава и режима распыления

В модели магнетронного распыления состояние и качество полученных покрытий непосредственно связаны с состоянием плазмы газового разряда, поэтому следует провести ее диагностику.

Первый фактор, определяющий состояние плазмы, это ее состав, который непосредственно определяет состав и свойство осажденного покрытия.

Соответственно, если необходимо получить покрытие определенного состава, сначала надо установить соответствующий режим работы и с помощью диагностики плазмы можно определить состав и концентрацию атомов в плазме.

В лаборатории для определения состава часто используется метод ОЭС, который принадлежит к группе методов спектроскопии. Источником информации могут служить такие явления взаимодействия электромагнитного или корпускулярного излучения с веществом, как излучение, поглощение, рассеяние и отражение света, дисперсия оптического вращения, фотоэффект и рассеяние электронов. Анализируя изменение характеристик излучения после акта взаимодействия с веществом, можно судить о свойствах вещества.

Метод ОЭС основан на анализе излучений света видимого и ближних ультрафиолетового и инфракрасного диапазонов длин волны.

Испускание света веществом обусловлено переходами электронов с более высокого энергетического уровня на относительно низкий. Частота излучения зависит от разности энергий этих состояний, и очевидно, что частоты излучения различных элементов тоже отличаюся в связи с разницей структуры их атомов. Для наблюдения испускания излучения сначала нужно перевести частицы вещества в возбужденное состояние. Возбуждение можно осуществить облучением электромагнитным излучением, либо нагревом, например пламенем или электрической дугой, либо другими методами. Анализируя спектры испускания излучения, можно получить информацию о строении и составе вещества.

В качестве примера, на рисунке 5 представлен типичный оптический спектр.

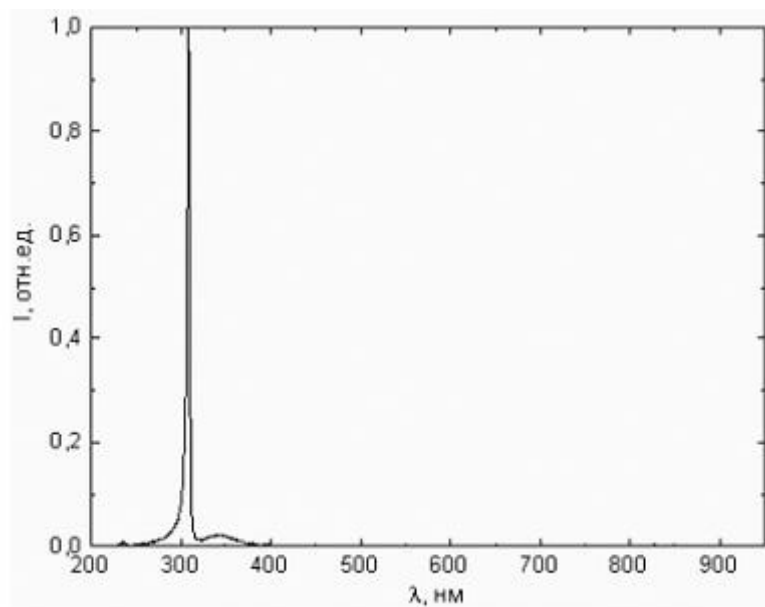


Рис 5. Пример оптического спектра

Спектры поглощения света также несут множество схожей полезной информации. Абсорбированный свет приводит к переходу электрона с низкого энергетического уровня на относительно высокий. Энергия, которая при этом поглощается, равна разнице этих двух энергетических уровней. Поэтому набор пиков на спектральной зависимости также свидетельствует о наличии тех или иных электронных переходов, то есть о строении и составе исследуемого вещества.

Можно выделить несколько типов спектроскопии [6].

Эмиссионная спектроскопия: в физике эмиссия – процесс, при котором частица с более высокого квантового состояния (уровня) «перепрыгивает» на более низкое с испусканием фотона. Частота излучения зависит от разности этих энергетических уровней. Одной из характеристик данного процесса является излучательная способность вещества, определяемая количеством испускаемого света. Для большинства веществ, излучательная способность характеризуется температурой и спектроскопическими особенностями. Важно отметить, что характер теплового излучения твердых веществ мало зависит от состава вещества. Когда исследуется система газов, их спектральные пики

однозначно определяют строение. Анализируя спектр, можно определить процентное соотношение различных химических элементов, входящих в состав газа.

Флуоресцентная спектроскопия: прежде всего, необходимо определить понятие люминесценции. Люминесценция - процесс эмиссии света после поглощения веществом энергии. В качестве источника энергии, возбуждающей люминесценцию, может выступать и внешний свет. Флуоресценция – частный случай люминесценции, где переход из возбужденного состояния в основное состояние посредством испускания фотона занимает порядка 10 нс. Исследования спектров флуоресценции могут дать качественную и количественную информацию о концентрации молекул в веществе и помочь построить диаграммы энергетических уровней. Измерения проводятся с помощью перестраиваемых лазеров непрерывного излучения, облучающих исследуемый образец. Молекулы и атомы образца переходят в возбужденное состояние, и затем детектор регистрирует флуоресценцию.

Состав плазмы можно определить с помощью метода ОЭС. С помощью спектрофотометра можно получить спектр излучения, испускаемого плазмой. У каждого элемента есть свои характерные линии в спектре, поэтому анализируя оптический спектр, можно определить состав плазмы.

1.4 Диагностика плазмы двойным зондом Ленгмюра

Кроме состава, немало важной характеристикой состава плазмы является температура T_e и концентрация n_e электронов, они тоже являются необходимыми величинами для создания модели магнетронного распыления. На практике их можно измерить с помощью двойного зонда Ленгмюра, хотя данный метод имеет недостатки, например непосредственный контакт с плазмой и невысокая точность измерения, но позволяет измерить эти 2

параметра в широком интервале.

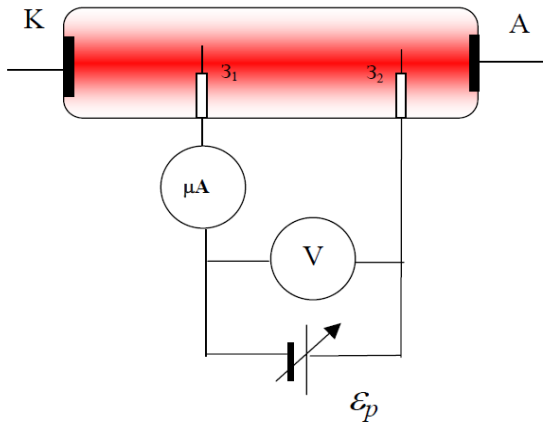


Рис. 6 Схема двойного зонда Ленгмюра.

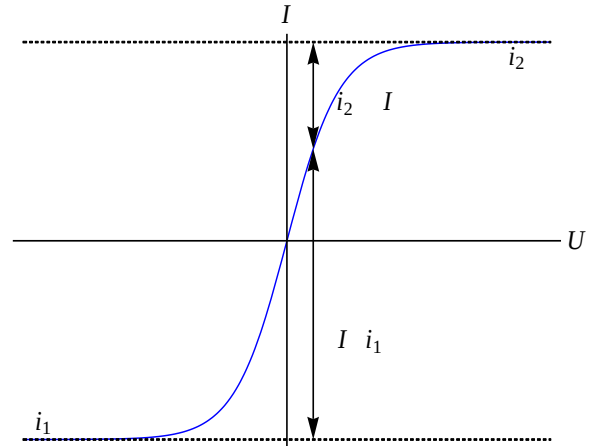


Рис. 7. Типичная ВАХ двойных зондов Ленгмюра.

На рисунке 6 показана схема двойного зонда Ленгмюра: в плазму вводятся два металлических электрода на определенном расстоянии между ними, и эти зонды имеют одинаковую форму, размер и изготовлены из материала одного вида. Между электродами зонда прикладывается разность потенциалов $U = U_1 - U_2$. Если $U=0$, то электроды зонда находятся под плавающим потенциалом U_f , и в цепи ток не протекает. При $U \neq 0$, в цепи возникает ток $I = I_1 - I_2$ (I_1 – электрический ток зонда 1, I_2 – ток зонда 2).

Согласно теории зондов Ленгмюра [7-9], вольтамперная характеристика (ВАХ) двойного зонда имеет вид, показанный на рисунке 7.

Как видно из рисунка 7, при $U = 0$, $I = 0$. При $U \rightarrow -\infty$ ток зонда I стремится к ионному току насыщения i_{1+} на первый электрод зонда, а при $U \rightarrow +\infty$ – к ионному току насыщения i_{2+} на второй электрод. Тогда, в предположении однородности плазмы, можно показать, что имеет место следующее соотношение: [7]

$$\ln \frac{I + i_{1+}}{i_{2+} - I} = \ln \frac{S_1}{S_2} + \frac{eU}{kT_e}, \quad (1)$$

где S_1, S_2 – площади электродов зонда, T_e – температура электронов в плазме, e – заряд электрона, k – постоянная Больцмана. Т.е. зависимость

$\ln((I + i_{1+})/(i_{2+} - I))$ от U должна быть линейной, а тангенс угла наклона этой зависимости обратно пропорционален температуре электронов T_e . В случае, если построение зависимости (错误! 未找到引用源。) трудоемко, можно определить температуру электронов по наклону ВАХ:

$$\frac{kT_e}{e} = \frac{i_{1+} + i_{2+}}{i_{1+} i_{2+}} \left(\frac{dI}{dU} \right)_0^{-1}, \quad (2)$$

где в левой части соотношения стоит температура электронов в eV, а $(dI/dU)_0$ – тангенс угла наклона ВАХ при $U = 0$.

Плотность положительных ионов в плазме можно определить из ионного тока насыщения:

$$n_+ = \frac{i_+}{\eta e S u_B}, \quad (3)$$

где η – численный параметр ($\eta = 0,4\sqrt{2} \approx 0,57$ для цилиндрического зонда[10]), n_+ – плотность положительных ионов, S – площадь электрода, $u_B = \sqrt{kT_e/m_i}$ – скорость Бома, m_i – масса иона. В случае электроположительной плазмы (например, аргоновой), условие квазинейтральности влечет равенство плотностей ионов и электронов $n_+ = n_i = n_e$.

1.5 Влияние подложки на рост пленки

На практике для изготовления стентов часто используется нержавеющая сталь марки 12X18H10T(L316), такой выбор определяется хорошими механическими характеристиками нержавеющей стали и требованием для стентов.

Покрытие улучшает эксплуатационные свойства подложки, которые в свою очередь дают поддержку покрытия, и определяет устойчивость системы покрытие-подложка. Совместимость покрытия и подложки является очень

важным моментом при выборе подложки. Если свойства покрытия и подложки, например, твердость, модуль упругости, параметр решетки, коэффициент термического расширения и др., сильно отличаются, то возможно ухудшение эксплуатационных свойств материала и даже разрушение с последующим отслоением пленки [11, 13].

Для выбора подложки нужно учитывать 3 параметра: чистота материала, содержание примесей, и однородность состава и структуры. [12]

Чистота подложки оказывает существенное влияние на свойства покрытия. Чем выше чистота, тем лучше однородность пленки, меньше поверхностных примесей, лучше адгезионные свойства покрытия. Требование к примеси зависит от выбора мишени, например, при выборе титана в качестве мишени, содержание таких радиоактивных элементов, как U и Th, должно быть меньше 3×10^{-9} [13]. Однородность состава и структуры подложки тоже влияет на состояние покрытия.

С учетом этого, для осаждения пленки на основе титана и его оксинитридов на подложку выбрана нержавеющая сталь марки 12X18H10T, ее химический состав представлен в таблице 1:

Таблица 1. Химический состав в % материала 12X18H10T

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Cu	-
до 0.12	до 0.8	до 2	9 - 11	до 0.02	до 0.035	17 - 19	до 0.3	(5 C - 0.8) Ti, остальное Fe

Температура подложки оказывает существенное влияние на рост и структурную составляющую пленки. Повышение температуры подложки ускоряет взаимную диффузию частиц покрытия и подложки, ускоряет химическую реакцию, в результате приводит к повышению адгезии. [14]

По результатам современных исследований температура подложки влияет

на скорость зародышеобразования и последующего формирования пленки на поверхности подложки и состояние роста. При низкой температуре осажденные частицы имеют низкое значение диффузионной подвижности, концентрация зародышей тоже низка, в результате образуется неплотное покрытие; при повышении температуры увеличивается концентрация зародышей, скорость осаждения и улучшается адгезия.

С учетом влияния температуры подложки на рост пленки, можно ожидать различные структуры полученной пленки. Например, пленка может формироваться в виде смеси кристаллической и аморфной фаз. Исследуя зависимость изменения структуры пленки от температуры, можно контролировать состояние пленки по заданному к ней требованию путем изменения температуры подложки.

Изменение температуры подложки можно осуществить с помощью нагревателя, а в системе магнетронного распыления на температуру подложки влияют такие факторы, как мощность магнетронного разряда. Тогда исследуя зависимость температуры подложки от мощности, можно контролировать температуру подложки, т.е. состояние пленки, путем изменения мощности.

1.6 Измерение толщины покрытия методом эллипсометрии

Скорость осаждения пленки представляет собой важную величину для магнетронного распыления. Зная толщину покрытия и время распыления, можно рассчитать скорость осаждения.

Толщину покрытия можно измерить методом эллипсометрии, который представляет собой высокочувствительный и точный поляризационно-оптический метод исследования поверхностей на границе раздела различных сред.

С помощью эллипсометрии можно получить значения толщины и показателя преломления тонкой пленки толщиной в диапазоне от десятков нанометров до нескольких микрометров.



Рис. 8 Схема взаимодействия поляризованного света с образцом.

Суть данного метода заключается в изучении изменения состояния поляризации света после его отражения от исследуемого образца. [15]

Эллипсометрия использует 2 из 4 параметров Стокса – амплитуда Ψ и фазовый сдвиг Δ . Состояние поляризации света состоит из 2 составляющих: s (электрическая составляющая осциллирует перпендикулярно плоскости падения света) и p (параллельно). Амплитуды s и p компонент, после отражения и нормализации, обозначаются r_s и r_p , и комплексный коэффициент отражения ρ определяется отношением этих 2 значений:

$$\rho = \frac{r_p}{r_s}. \quad (4)$$

Связь между эллипсометрическими параметрами и r_s, r_p выражается в основном уравнении эллипсометрии:

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan(\Psi)e^{i\Delta}. \quad (5)$$

Так как эллипсометрия измеряет соотношение r_s и r_p , а не их абсолютные значения, она имеет высокую точность и воспроизводимость.

В случае однослойной модели итоговый коэффициент отражения для данной поляризации R , согласно формулам Френеля с учетом многократных отражений, записывается:[16]

$$R = \frac{R_{01} + R_{12} e^{i2\beta}}{1 + R_{01} R_{12} e^{i2\beta}}. \quad (6)$$

где R_{01} и R_{12} – коэффициенты отражения границ раздела сред, β – фазовая толщина пленки.

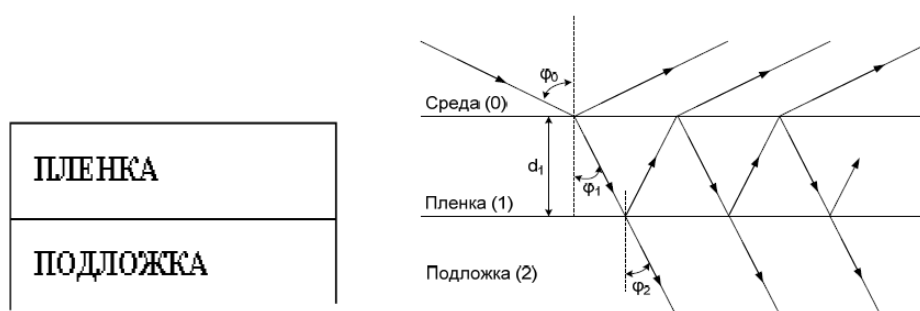


Рис.9 Схема многократного отражения в системе среда (0) – пленка (1) – подложка (2).

Фазовая толщина β определяется формулой:

$$\beta = 2\pi n_1 \frac{d}{\lambda} \cos \varphi_1 = 2\pi \frac{d}{\lambda} \sqrt{n_1^2 - n_0^2 (\sin \varphi_0)^2}. \quad (7)$$

где d – толщина пленки, φ – угол падения, n – показатель преломления.

2. Методы и материалы

2.1 Установка импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ”

Для получения оксинитридных покрытий использовалась установка импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ”. Фотография данной установки представлена на рисунке 10:



Рис. 10 Общий вид установки ионно-плазменного модифицирования поверхности и напыления покрытий.

Основной задачей установки является нанесение комплексных оксидных (TiO_2) и оксинитридных (Ti-O-N) покрытий на различные материалы, например изделия медицинского назначения, в частности на внутрисосудистые стенты. Блок-схема установки импульсного магнетронного напыления представлена на рисунке 11. Установка состоит из следующих основных частей: цилиндрическая вакуумная камера с расположенным в ней магнетроном, высоковакуумная система откачки, источник импульсного питания магнетрона, трехканальная система подачи газа, автоматизированная система управления установкой, включающая блок периферийных контроллеров, управляющий контроллер и персональный компьютер.

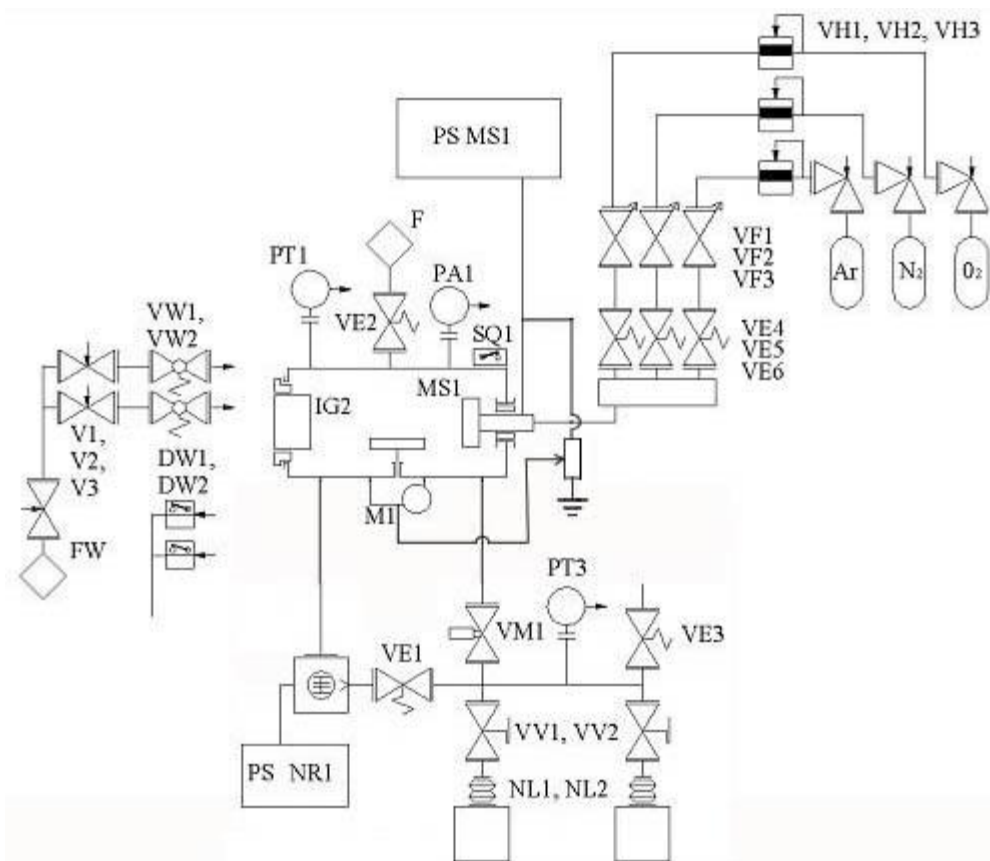


Рис. 11 Блок-схема установки УВН-200МИ.

Вакуумная камера располагается горизонтально, размеры камеры составляют: диаметр – 300 мм, длина – 600 мм, объем камеры составляет 0,42 м³. Камера имеет двери на торцевых сторонах поверхности цилиндра и боковой отвод с фланцем, на котором смонтирован турбомолекулярный насос. На крышке бокового отвода камеры смонтирован датчик высокого вакуума ДВЭ-0/7-007. Внутри камеры расположен магнетрон и стол для образцов с приводом вращения и системой подачи отрицательного электрического смещения на стол.

Вакуумная система включает низковакуумную и высоковакуумную откачку. Высокий вакуум создается в два этапа: сначала двумя форвакуумными насосами 2НБР-5ДМ (NL1 и NL2) до давления 10Па, затем турбомолекулярным насосом ТМН-150 (NR1) до 10⁻²Па.

Источник питания магнетрона (PSMS1) обеспечивает модулированное

питание магнетрона. Источник питания ИП-MS08/60 (ИП) представляет собой импульсный стабилизатор тока компенсационного типа, выполненный на основе высоковольтного регулируемого преобразователя, управляемого программируемым контроллером. На рисунке 12 представлен блок схема ИП.

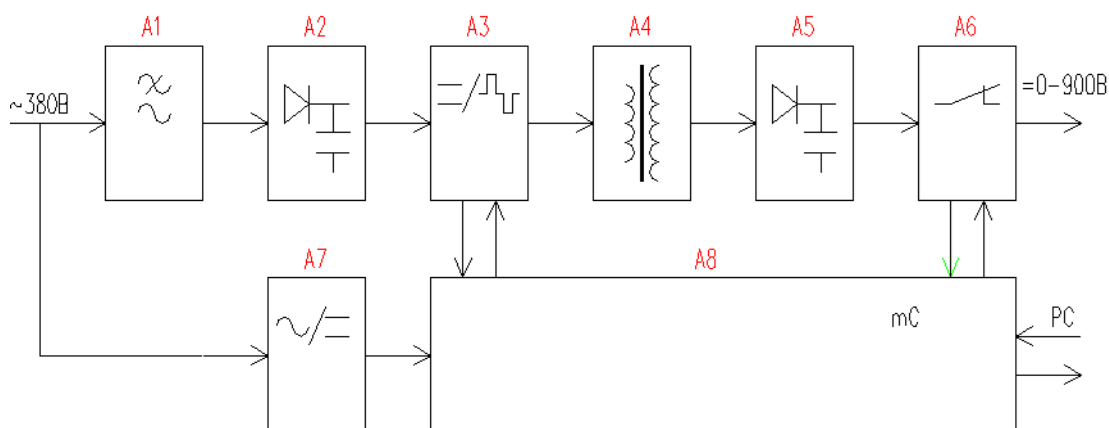


Рис. 12 Блок схема источника питания ИП-MS08/60.

Напряжение питания (3 фазы, 380 В) подается через защитный автомат, на блок сетевого фильтра A1. В блоке предусмотрены три схемы: наличие фаз, контроль понижения сетевого напряжения и управление силовыми контакторами. С блока сетевого фильтра, однофазное сетевое напряжение (220В, 50Гц.) поступает на служебный источник питания A7, обеспечивающий напряжения питания схемам управления и защиты ИП, а также вырабатывает сигнал привязки к фазам сети.

Управляющий сигнал подает сетевое напряжение через контакты пускателей, на сетевой выпрямитель - A2 и далее, на конденсаторы фильтра, питающего силовой инвертор A3.

Управление ключами инвертора через драйверы полумостов осуществляет контроллер A8, на базе которого реализован ПИД - регулятор, измеритель выходного тока и напряжения.

Постоянное напряжение преобразуется инвертором в переменное,

частотой 20 кГц, которое, через повышающий трансформатор А4, и выпрямитель А5, поступает на фильтр. Полученное постоянное напряжение подается на ключ А6. Контроллер управляется с помощью команд подающихся через ЭВМ. В результате с источника могут быть сняты, прямые или импульсные токи.

Основные параметры источника питания ИП-MS08/60 представлены в таблице 2:

Таблица 2. Основные параметры источника питания

Наименование параметра	Параметры источника
Габаритные размеры, мм	185x300x550
Масса ИП, кг	17
Охлаждение	Воздушное
Выходной ток (макс.), А	18
Выходное напряжение (макс.), В	900 ⁺⁵⁰ ₋₅₀
Выходная мощность (макс.), кВт	8
Нестабильность установленного тока, ±%	0,5
Нестабильность установленной мощности, ±%	1,5
Частота модуляции выходного сигнала, кГц	0 - 60

Установка “УВН-200МИ” была модернизирована, посредством установки системы импульсного отрицательного смещения. Отрицательное смещение через делитель поступало из источника ИП-MS08/60. В результате на стол и на магнетрон поступал синхронный сигнал импульса источника.

2.2 Диагностика плазмы магнетронного разряда. Эмиссионная оптическая спектроскопия.

Для измерения спектра излучения плазмы использовался оптический спектрометр AvaScan 3648 USB2 (рисунок 13). Данные измерения необходимы для определения состава излучения плазмы и, как следствие, структуры покрытия, а также процесса её формирования на поверхности образца.

Разъем (1) фиксирует положение входного оптического волокна, через разъем свет из оптического волокна попадает в оптический модуль спектрометра. Фиксированная входная щель (2) в виде пластины из непрозрачного материала с прямоугольной прорезью установлена непосредственно за разъемом (1). От ширины щели (5-200мкм) зависит количество света попадающего в оптический модуль, а также оптическое разрешение. Возможно использование спектрометра без щели. В этом случае размер входной апертуры определяется диаметром оптического волокна. Оптический фильтр (3) ограничивает спектр оптического излучения определенным диапазоном длин волн. Свет проходит через фильтр до входа в оптический модуль. В спектрометр могут устанавливаться длинноволновые и коротковолновые поглощающие фильтры.

Коллимирующее зеркало (4) преобразует расходящийся световой пучок, вышедший из оптического волокна в параллельный, и направляет его на дифракционную решетку. Можно выбрать стандартное зеркало или зеркало SAG+. Дифракционная решетка (5) разлагает свет в спектр и направляет его на фокусирующее зеркало. От конструкции и числа штрихов дифракционной решетки зависят спектральный диапазон и разрешение спектрометра. После отражения от дифракционной решетки (5) свет фокусируется на фокусирующем зеркале (6).

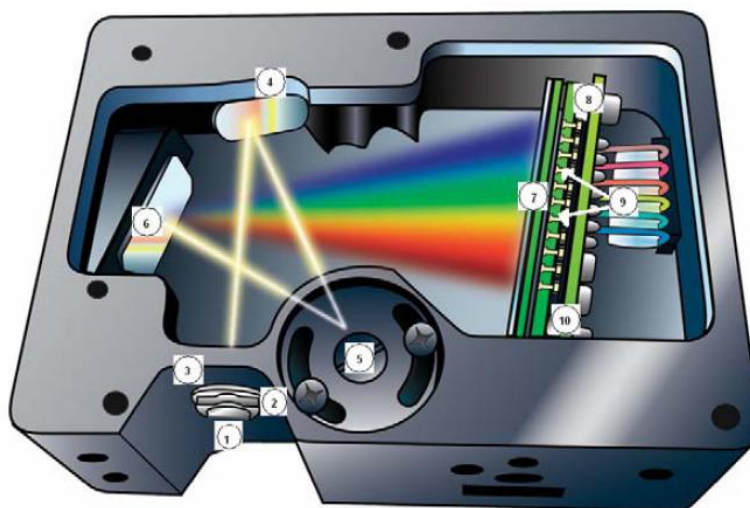


Рис. 13 Спектрометр AvaScan 3648 USB2 (1- разъем SMA 905; 2- фиксированная входная щель; 3- оптический фильтр; 4- коллимирующее зеркало; 5- дифракционная решетка; 6- фокусирующее зеркало; 6- собирающая линза детектора L4; 8- детектор; 9- переменный фильтр высших порядков; 10- окно детектора)

Собирающая линза (7) дополнительно устанавливается на детектор для увеличения эффективности светособирания за счет фокусировки света от высокой щели на короткие элементы детектора. Собирающую линзу целесообразно применять при использовании волокон большого диаметра, а также при малой интенсивности света на входе спектрометра. Эта линза также уменьшает влияние рассеянного света на характеристики спектрометра.

Детектор (8) преобразует световой сигнал в электрический. Каждый пиксел детектора соответствует определенной длине волны света. После аналого-цифрового преобразования спектр в цифровом виде передается программе на персональный компьютер.

2.3 Двойной зонд Ленгмюра.

Для определения температуры и концентрации электронов в плазме магнетронного реактивного разряда использовался двойной зонд Ленгмюра. В качестве зонда использовалась двойная цилиндрическая вольфрамовая нить длиной 23.4мм диаметром 0.5мм каждая, расстояние между нитями составляло

Змм. Для питания зонда использовался генератор импульсных пилообразных напряжений SG-50-0.1. Зонд располагался на расстоянии 50мм от поверхности мишени под углом 90° относительно горизонта. Параметры сигнала, подаваемые на зонд, составляли: напряжение 50 В, частота сигнала составляла 250 кГц, длительность импульса 4мс.

В качестве плазмообразующего газа использовался кислород(O_2), азот(N_2) и аргон(Ar). Для получения разряда использовались следующие параметры распыления: материал катода -Ti, рабочее давление в камере - 10^{-1} Па, мощность 300, 500, 800 и 1000 Вт, скорость натекания газа составляла 5мл в минуту. Соотношение парциального давления газов варьировалось в зависимости от типа распыления.

2.4 Измерение температуры подложки термопарой

В процессе работы были исследованы, также температурные режимы роста покрытий. Температура на подложке измерялась с помощью термопары хромель-копель ДТПЛ 014-00.20/3, концы которой были изолированы. Использовался датчик 2TRM1.

В качестве плазмообразующего газа использовался кислород(O_2), азот(N_2) и аргон(Ar). Для получения разряда использовались следующие параметры распыления: материал катода - Ti, рабочее давление в камере - 10^{-1} Па, время распыления –(30-180)мин. Соотношение парциального давления газов и мощность варьировались в зависимости от типа распыления. Значения температуры записывались через минуту.



а)



б)

Рис. 14 а) термопара хромель-копель ДТПШ 014-00.20/3, б) датчик 2TRM1

2.5 Измерение толщины покрытия спектральным эллипсометром

В процессе эксперимента для измерения толщины нанесенных пленок использован спектральный эллипсометр, он состоит из двух отдельных блоков: осветительный и измерительный.

Источником излучения служит ксеноновая короткодуговая лампа высокого давления. Малогабаритным монохроматором вырезается узкая спектральная полоса и с помощью световода передается в измерительные каналы эллипсометра. Положения оптических элементов (поляризатора и анализатора в канале пси) переключаются автоматически с помощью электроприводов. В качестве ахроматического компенсатора используется модифицированный ромб Френеля, азимутальное положение которого не меняется.

Ниже приведены основные характеристики спектрального эллипсометра:

Спектральный диапазон, нм	250 – 1000
Спектральное разрешение, нм	3
Время измерения полного спектра, с	20
Точность измерения эллипсометрических параметров, град.:	

$\delta\Psi$ 0.1

$\delta\Delta$ 0.3



Рис. 15 Фотография спектрального эллипсометра.

2.6 Методы структурного анализа

Морфологию поверхности и элементный состав покрытий исследовали с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Quanta 400 FEG, FEI со встроенным энергодисперсионным анализатором (EDSGenesis 4000, S-UTW-Si(Li)), работающим в условиях высокого вакуума (10–5 Па). Анализ СЭМ-изображений и определение линейных размеров элементов, составляющих покрытия (зерен), проводили методом секущих с использованием программы AdobePhotoshopCS3.

Рентгеноструктурные исследования осуществляли на дифрактометре BrukerD8 Advance, излучение $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0.15418$ нм), в геометрии Брэгга–Брентано. Условия исследования всех покрытий были одинаковыми: режим рентгеновской трубки – напряжение 40 кВ и ток 20 мА, диапазон углов $2\theta - 4^\circ\text{--}100^\circ$, шаг сканирования 0.02° , время экспозиции 6 с.

3. Результаты диагностических исследований плазмы и их обсуждение

3.1 Определение состава плазмы и режима распыления методом ОЭС

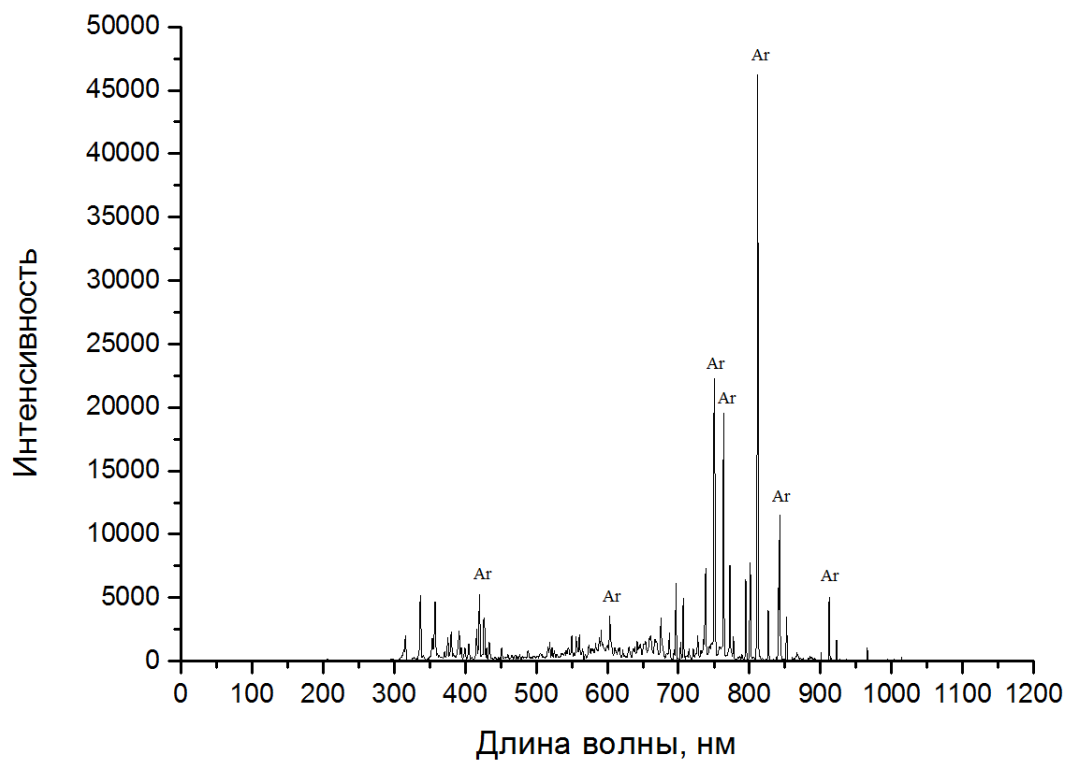
Контроль состава покрытий и определение режимов распыления путем исследования состава плазмы, созданных для осаждения покрытий, при разных условиях распыления, различие в нашем случае заключается в значении соотношения объемных расходов рабочих газов, входящих в камеру для создания плазмы.

Режимы распыления говорят о химическом составе покрытий, т.е. плазмы, в модели реактивного магнетронного распыления существует 2 стационарных режима: 1) металлический, при этом покрытие состоит из чистого металла Ti; 2) реактивные, при этом получают покрытия из химических соединений металла, и разделяются на оксидный, нитридный и оксинитридный.

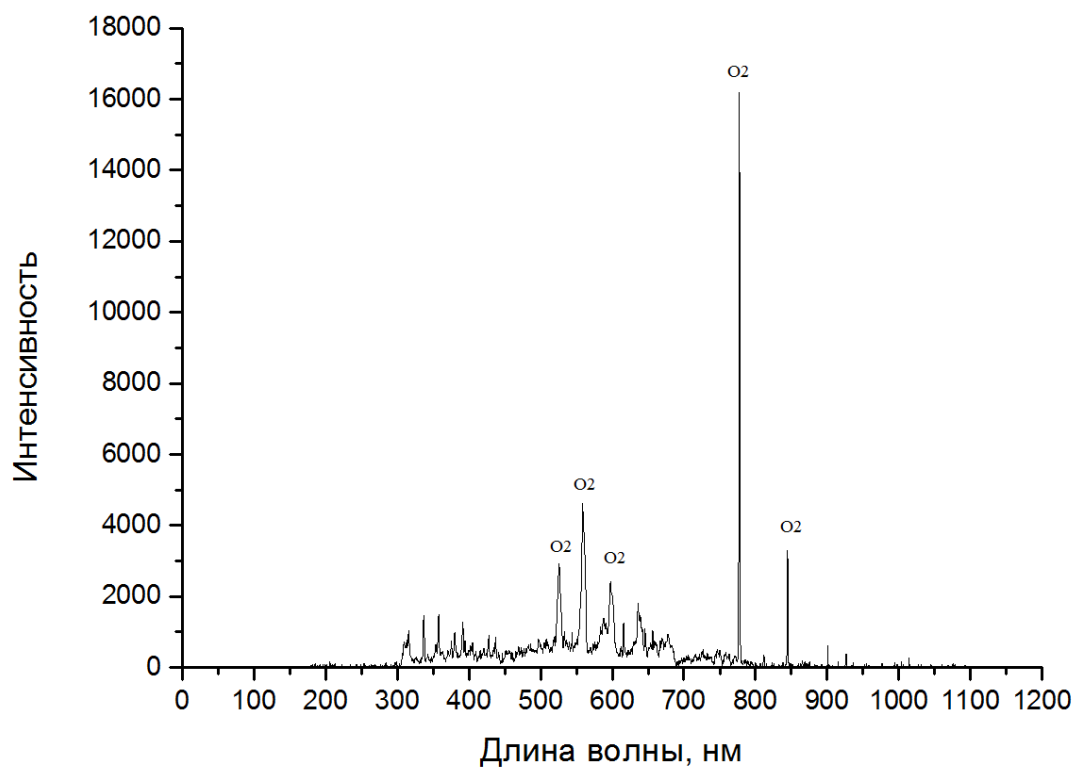
В лаборатории анализ состава плазмы проводится с помощью спектрометра AvaSpec 3648 в режиме реального времени в диапазоне 200–1000 нм с разрешением 1.5 нм и временем записи спектра 800мс.

На первом этапе задача заключалась в идентификации спектральных линий в характеристических спектрах реактивных газов. Для этого было проведено распыление Ti в атмосфере аргона(Ar), кислорода(O₂) и азота(N₂), при следующих условиях: рабочее давление в камере - 10⁻¹ Па, мощность –800 Вт, ток – 4мА, объемный расход газа - 4мл/мин,предполагая, что в камере присутствуют только атомы, ионы и молекулы металла, аргона и реактивных газов, а примесными частицами можно пренебречь.

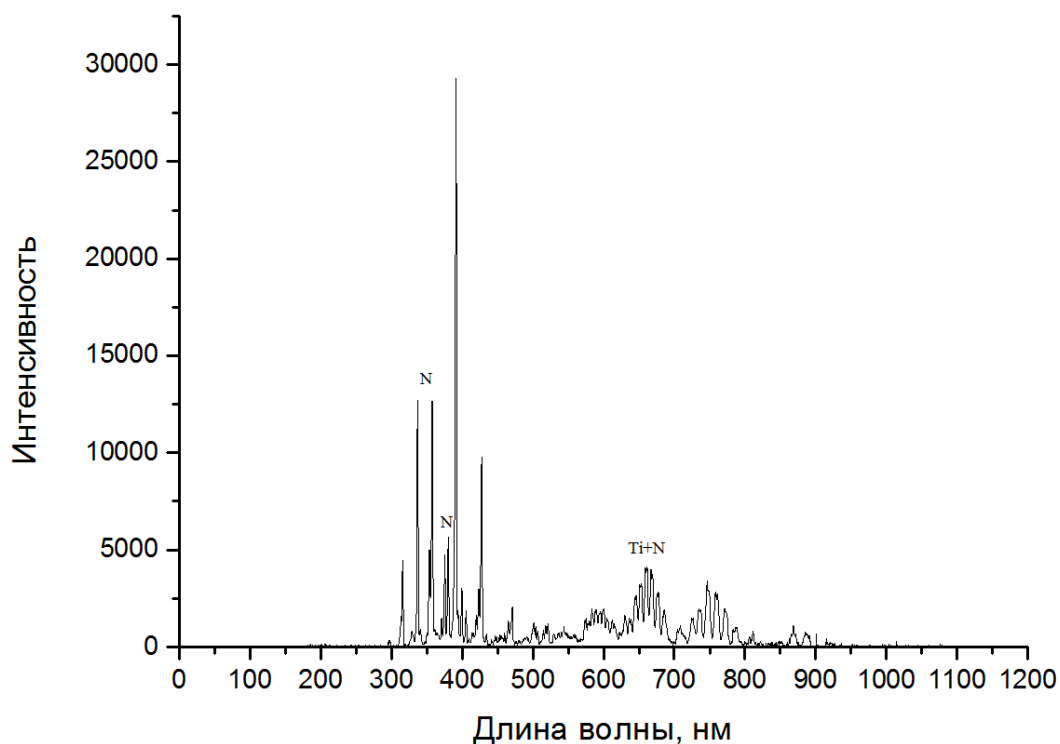
На рисунке 16(а,б,в) показаны спектры, снятые в случае распыления титана в атмосфере аргона(а), кислорода(б) и азота(в).



а)



б)



в)

Рис.16 Оптические спектры плазмы магнетронного распыления титана в газовой среде
Ar (а) ,O₂ (б) и N₂ (в).

В данных спектрах плазмы присутствуют характерные линии: аргона (Ar) при 750.4, 763.5 и 810.4 нм; кислорода (O₂) при 524, 558, 595, 777 и 848 нм; азота (N₂) при 336.9 и 357.5 нм; титана и азота (Ti+N) в области 500-600 нм.

Результаты исследования оптических спектров излучения плазмы в различных режимах представлены в таблице 3: [17]

Таблица 3. Характерные линии элементов

Элементы	Длины волн, нм	Переходы	Термы
1	2	3	4
Ar I	750.387	$3s^2 3p^5(^2P^0_{1/2})4s \rightarrow 3s^2 3p^5(^2P^0_{1/2})4p$	$^2[1/2]^0 \rightarrow ^2[1/2]$
Ar I	763.511	$3s^2 3p^5(^2P^0_{3/2})4s \rightarrow 3s^2 3p^5(^2P^0_{3/2})4p$	$^2[3/2]^0 \rightarrow ^2[3/2]$
Ar I	811.459	$3s^2 3p^5(^2P^0_{3/2})4s \rightarrow 3s^2 3p^5(^2P^0_{3/2})4p$	$^2[3/2]^0 \rightarrow ^2[5/2]$
Ar I	842.459	$3s^2 3p^5(^2P^0_{3/2})4s \rightarrow 3s^2 3p^5(^2P^0_{3/2})4p$	$^2[3/2]^0 \rightarrow ^2[5/2]$
O II	558.440	$2s^2 2p^2(^1S)3s \rightarrow 2s^2 2p^2(^3P)4p$	$^2S \rightarrow ^2P^0$
O III	597.954	$2s^2 2p(^2P^0)3s \rightarrow 2p^4$	$^3P^0 \rightarrow ^3P$

O I	777.533	$2s^2 2p^3(^4S^0)3s \rightarrow 2s^2 2p^3(^4S^0)3p$	$^5S^0 \rightarrow ^5P$
O I	844.581	$2s^2 2p^3(^4S^0)3s \rightarrow 2s^2 2p^3(^4S^0)3p$	$^3S^0 \rightarrow ^3P$
N II	391.537	$2s^2 2p^4p \rightarrow 2s^2 2p^2(^4P)3p$	$^3P \rightarrow ^3D^0$
Ti I	315.986	$3d^2(^3F)4s4p(^3P^0) \rightarrow 3d^2 4s(^4F)5d$	$z^5F^0 \rightarrow ^5F$
Ti II	336.940	$3d^2(^3F)4p \rightarrow 3d^2(^3F)5s$	$z^4D^0 \rightarrow e^4P$
Ti II	357.532	$3d^2(^3P)4p \rightarrow 3d^2(^3P)5s$	$y^2P^0 \rightarrow ^2P$

После идентификации и выбора характерных линий элементов можно начать исследовать состав плазмы из спектров испускания, полученных при разных условиях, и соответственно определить оптимальные режимы распыления.

На втором этапе работ по диагностике плазмы, было исследовано влияние изменения соотношения объемных расходов рабочих газов на условия распыления Титанида в двухкомпонентных газовых средах: O_2-N_2 , O_2-Ar , N_2-Ar .

При изменении соотношений расходов газов, система распыления может перейти из металлического в реактивный, либо обратно. Для контроля возможных условий перехода данного типа, были измерены спектры испускания плазмы при изменении расходов газов, при этом производился контроль изменения интенсивностей характерных линий элементов.

Далее, рассмотрим распыление титановой мишени в различных газовых средах и определим точки перехода режима распыления от металлического к оксидному или оксинитриднему. Условие работы: рабочее давление в камере - 10^{-1} Па, мощность - 800 Вт, начальный объемный расход одного газа - 4 мл/мин, а другого – 0 мл/мин, шаг изменения объемного расхода – 0.3 мл/мин.

В случае распыления титана в среде N_2-O_2 , начальный расход кислорода – 4 мл/мин, а азот отсутствует (0 мл/мин), в процессе измерения постепенно увеличивается расход азота и одновременно уменьшается расход кислорода

сшагам 0.3мл/мин. В результате получены данные, на основании которых построен график зависимости интенсивности характерных линий N_2 и O_2 от значения объемного расхода азота, который приведен на рисунке 17.

Из рисунка 17 видно, что при увеличении объемного расхода уменьшается интенсивность линии кислорода (777,5 нм) и увеличивается интенсивность линии азота (336,94 нм). Это говорит о том, что система постепенно переходит из оксидного режима в нитридный, и в точке 3.3мл/мин наблюдается переход в нитридный режим. Кроме этого, можно заметить, что наклоны двух линий тоже изменяются, интенсивность линии азота растет более и более быстро, а интенсивность кислорода наоборот, особенно в точке 0.3мл/мин, изменение интенсивностей линий носит скачкообразный характер, такое явление соответствует одному характерному эффекту реактивного магнетронного распыления – нелинейный эффект.

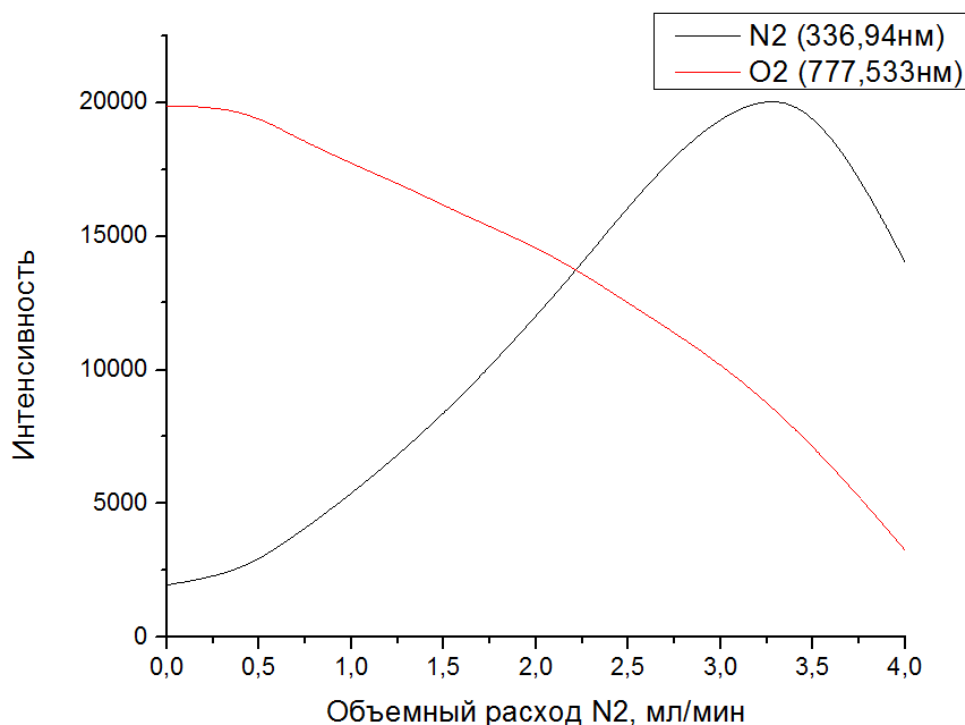


Рис. 17 График зависимости интенсивности линий кислорода и азота от объемного расхода азота.

Для определения состояния поверхности мишени был изменен режим напыления с чистого металлического до чистого оксидного или нитридного. Для этого варьировался объемный расход газа с шагом 0,18 миллилитра в

минуту в случае кислорода и 0,25 миллилитра в минуту в случае азота.

Изменяя объемный расход кислорода, был получен следующий график зависимости интенсивности линий OI и ArI от объемного расхода газа при постоянной мощности разряда 1кВт:

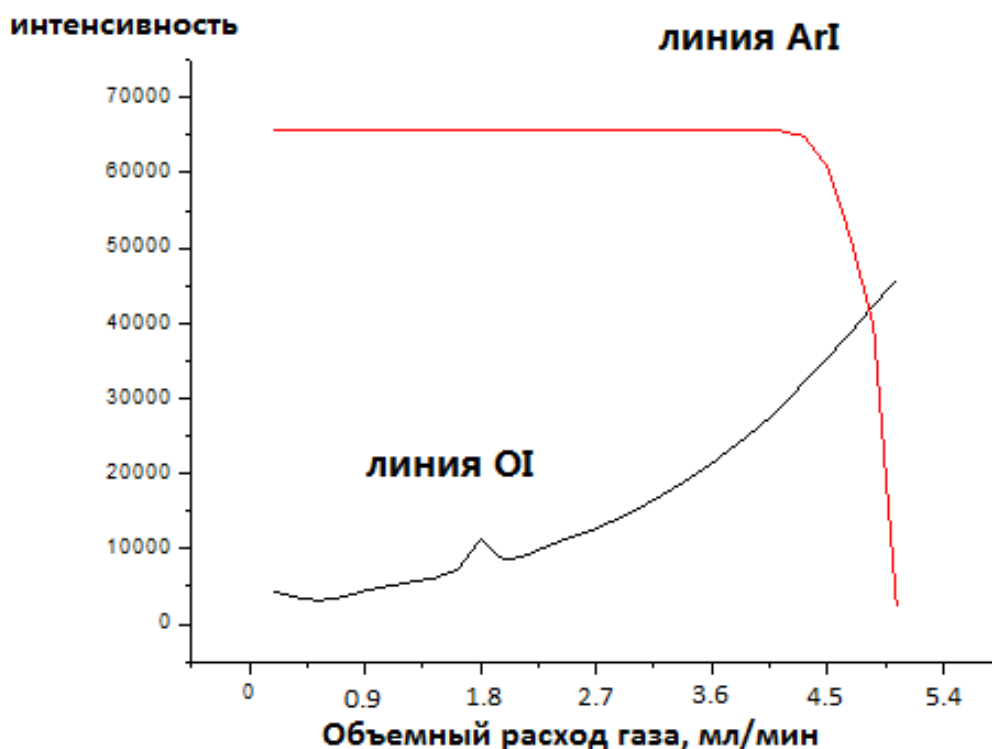


Рис.18 График зависимости интенсивности кислорода и аргона от объемного расхода газа.

Интенсивности линии аргона изменяются скачкообразно и критические значения разные при разных направлениях изменения параметров. Линейное увеличение интенсивности свидетельствует о увеличении носителей молекул кислорода в плазме, однако до момента скачкообразного уменьшения интенсивности линий аргона, как показано на рисунке 18, после точки 4.6мл/мин система начинает работать в оксидном режиме.

При распылении титана в среде аргона и азота, поверхность может быть полностью покрыта нитридом титана, либо чистым титаном, соответственно, установка находится в нитридном, либо в металлическом режиме. И все это зависит от параметров объемного расхода азота. Как мы рассмотрели случай распыления титана в среде аргона и кислорода, для данного процесса тоже

характерны нелинейный эффект и эффект гистерезиса.

Поскольку принцип один и тот же, не будем обсуждать детально. На следующем рисунке показано изменение интенсивности линий азота N_2I и аргона ArI при постоянной мощности и равномерном изменении объемного расхода азота:

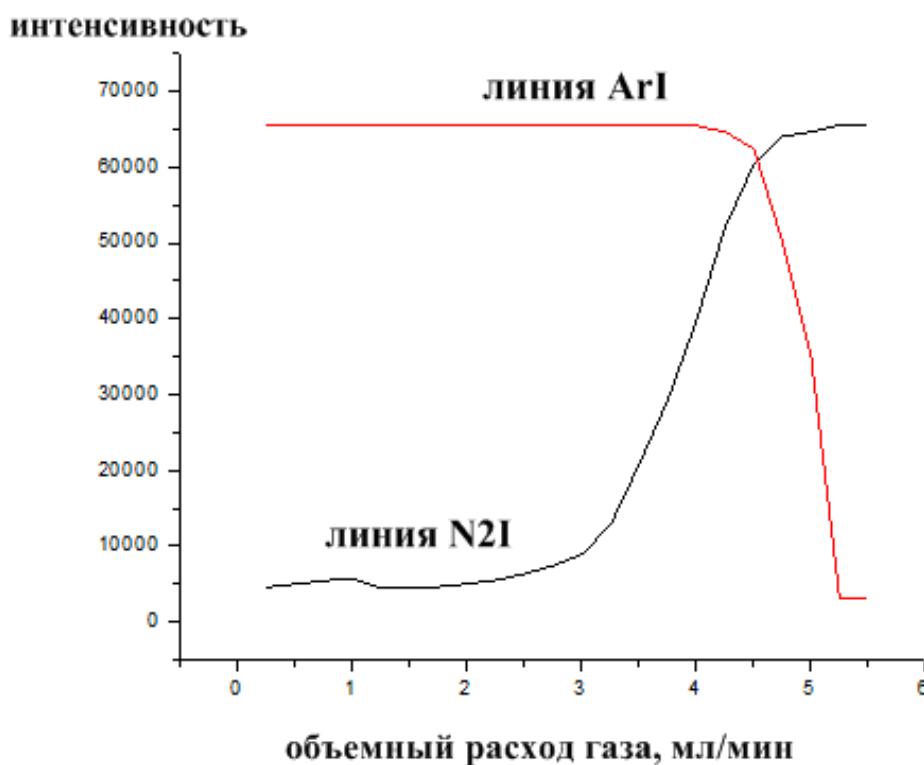


Рис.19 График зависимости интенсивности аргона и азота от точек измерения.

Изменение состава плазмы наблюдаем за счет зависимости парциального давления азота от его объемного расхода. В данном случае точка перехода режима из металлического в нитридный составляет 4.7мл/мин.

В отличие от распыления титана в среде аргон-кислород, при нитридном режиме, линия аргона не полностью исчезает, ее интенсивность уменьшается до минимального уровня. Такое явление можно объяснить следующим образом, что энергия связи атомов титана и азота имеет меньший порядок, по сравнению с кислородом. Реакция между титаном и кислородом представляет собой почти просто соединение и образование оксида титана, а диссоциация можно считать,

что вообще не происходит. Но реакция между титаном и азотом представляет собой образование и разложение нитрида титана, и существует равновесие между ними.

Кроме нелинейных эффектов, метод реактивного магнетронного распыления характеризуется эффектами гистерезиса, который заключается в различии значений некоторых параметров при изменении направления развития процесса, в нашем случае направления изменения соотношения объемного расхода газов. Причина проявления нелинейного эффекта и эффекта гистерезиса процесс не новый и давно описанный[18].

При диагностике режимов распыления мы также наблюдали эффекты гистерезиса при исследовании процессов распыления титана в двухкомпонентных газовых средах: O_2-N_2 , O_2-Ar , N_2-Ar .

На рисунке 20 представлены графики зависимости интенсивности линий аргона (811,46 нм) и кислорода (777,53 нм) в зависимости от объемного расхода газа, полученные при исследовании распыления титана в среде O_2-Ar . Условие измерения: рабочее давление в камере - 10^{-1} Па, мощность - 800Вт, объемный расход кислорода уменьшается от 4мл/мин до 0мл/мин с шагом 0.3мл/мин, потом от 0мл/мин увеличивается до 4мл/мин, расход аргона изменяется обратно.

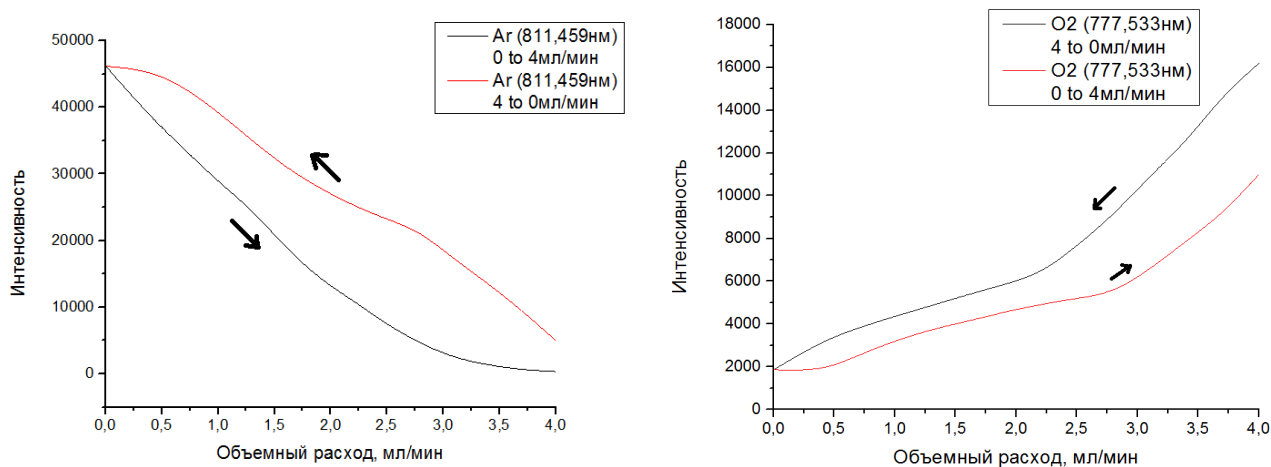


Рис. 20 Графики зависимости интенсивностей линий аргона и кислорода от объемного расхода газа.

Из рисунка 20 видно, что интенсивности линий зависят от направления изменения объемного расхода и на графиках наблюдаются петли гистерезиса, при этом также изменяются и точки переходов режимов распыления.

Таким образом можно делать следующие выводы: 1) аргон (Ar) имеет характерные линии с длиной волны 750.4, 763.5 и 810.4 нм; кислород (O₂) - 524, 558, 595, 777 и 848 нм; азот (N₂) - 336.9 и 357.5 нм; 2) реактивное магнетронное распыление в двухкомпонентной газовой среде характерно нелинейным эффектом и эффектом гистерезиса; 3) режим распыления переходит из металлического в оксидный при значении объемного расхода кислорода 4.6мл/мин, а из металлического в нитридный при значении объемного расхода азота 4.7мл/мин.

3.2 Исследование зависимости температуры подложки от времени

Мощность разряда может оказывать влияние на температуру подложки. Чтобы установить соотношение между температурой подложки и мощностью, в процессе работы были измерены зависимости температуры подложки от времени при распылении в течение 30мин при различных значениях мощности.

Условие исследования составляет: плазмообразующий газ – кислород (O₂) и азот (N₂), соотношение объемных расходов – O:N=1:1, мощность – 1кВт, электрическое смещение отсутствует; плазмообразующий газ – кислород (O₂), мощность – 1кВт, напряжение смещения $U_b=0$; плазмообразующий газ – кислород (O₂), мощность – 1.2кВт, напряжение смещения $U_b=0$.

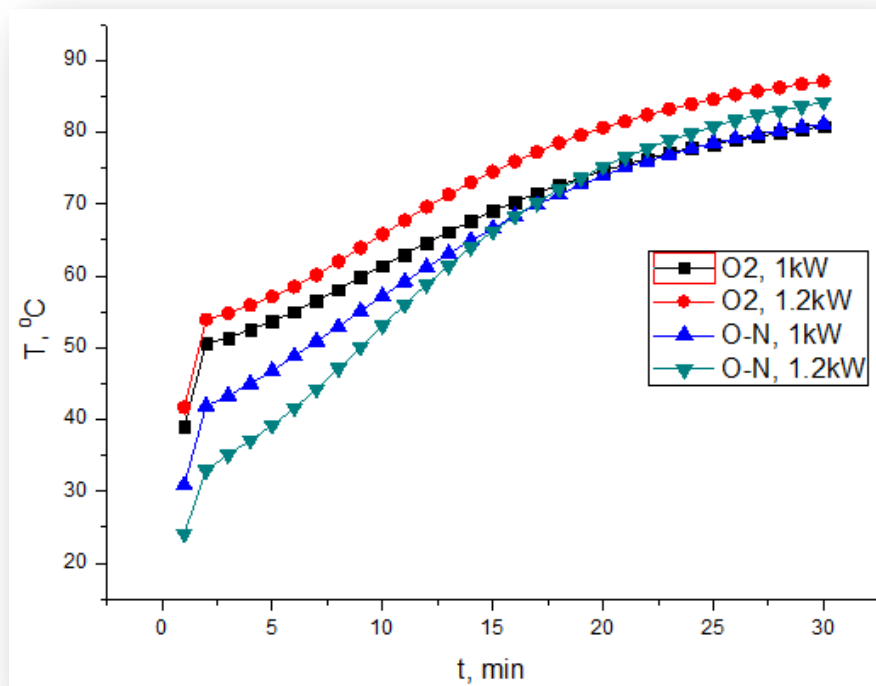


Рис. 21 Сравнительный график зависимостей температуры от времени различных режимах, где t – время, T – температура.

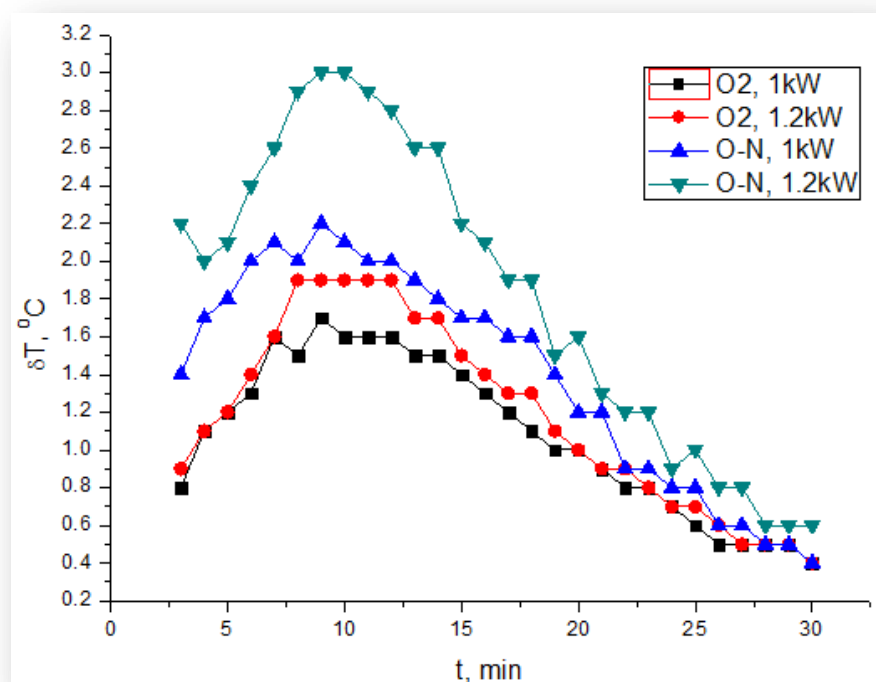


Рис. 22 Сравнительный график зависимостей приращения температуры от времени (с $t=3$ мин).

На рисунке 21 представлен сравнительный график зависимости температуры подложки от времени распыления при различных значениях

мощности разряда. На рисунке 22 представлены зависимости приращения температуры от времени осаждения, характеризующие темп изменения температуры подложки при распылении.

Из рисунков 21 и 22 видно, что 1) с ростом времени распыления температура подложки увеличивается, наивысшая температура наблюдается в случае распыления в кислороде при мощности 1.2кВт, равная 87.1⁰С; 2) приращение температуры с ростом времени увеличивается в течение первых 15 минут работы МРС, затем уменьшается. Наивысшее значение приращения температуры наблюдается в случае распыления в смеси кислорода и азота при 1.2кВт – 3⁰С; 3) увеличение мощности разряда приводит к повышению температуры подложки; 4) состав газовой смеси оказывает влияние на температуру подложки, в случае оксинитридного режима, уменьшение содержания кислорода в плазме приводит к замедлению роста температуры на подложке, связанное с большим объемом и более “холодной”, с большим содержанием азота плазмы.

3.3 Измерение параметров плазмы двойным зондом Ленгмюра

В процессе эксперимента была исследована плазма реактивного магнетронного разряда при различных условиях соотношений газовых смесей: аргона Ar, кислорода O₂, смеси кислорода и азота с определенным соотношением объемного расхода O/N 1:1, O/N 1:2, и O/N 1:3; и при различных значениях мощности разряда: 300, 500, 800, и 1000 Вт.

3.3.1 Усреднение исходной вольтамперной характеристики

Характерный вид вольт-амперной характеристики (ВАХ) двойного зонда,

получаемый на данной установке, представлен на рисунке 23.

Отличие полученной кривой от гладкой теоретической ВАХ двойного зонда обусловлено, прежде всего, близостью частоты дискретизации зонда и частоты генератора плазменного разряда. Это приводит к тому, что часть точек снимается при максимальном напряжении на катоде и, соответственно, при максимальной плотности плазмы, а часть точек – при нулевом напряжении и падающей, вследствие распада, концентрации носителей заряда.

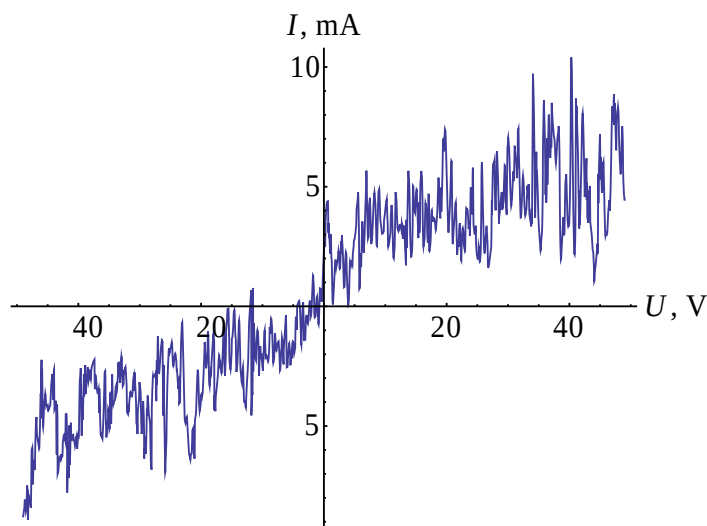


Рис. 23 Характерная ВАХ. Эта и все последующие зависимости в этом параграфе получены при разряде мощностью 1000 Вт в плазме аргона.

По данной кривой проводить анализ параметров плазмы достаточно затруднительно. Ситуация усугубляется тем, что хотя система измерения ВАХ позволяет сделать несколько последовательных выборок данных, напряжение при этом выдерживается с небольшой точностью. Следовательно, обычное усреднение точек ВАХ по нескольким выборкам некорректно, так как m -й точке ВАХ в разных выборках соответствуют разные значения напряжения.

В связи с этим, для обработки и усреднения данных ВАХ была разработана следующая процедура:

- 1) Последовательно делались 50-80 выборок данных ВАХ. Число выборок

лимитировалось временем работы зонда до перегрева, и это число должно быть достаточным для статистической значимости результата.

2) Для каждой i -ой выборки методом интерполяции строилась функция $I_i(U)$ зависимости тока через зонд от напряжения между электродами зонда.

3) Далее конструировалась усредненная выборка $ВAX(U_m, I_m)$:

$$I_m = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N I_i(U_m), \quad (8)$$

где U_m – принимало значения равномерно по всему диапазону изменения напряжения. Аналогично, для каждой точки вычислялась погрешность ΔI_m .

4) Наконец, методом скользящего среднего, получалась сглаженная зависимость $I(U)$.

Характерные результаты такой обработки представлены на рисунке 24.

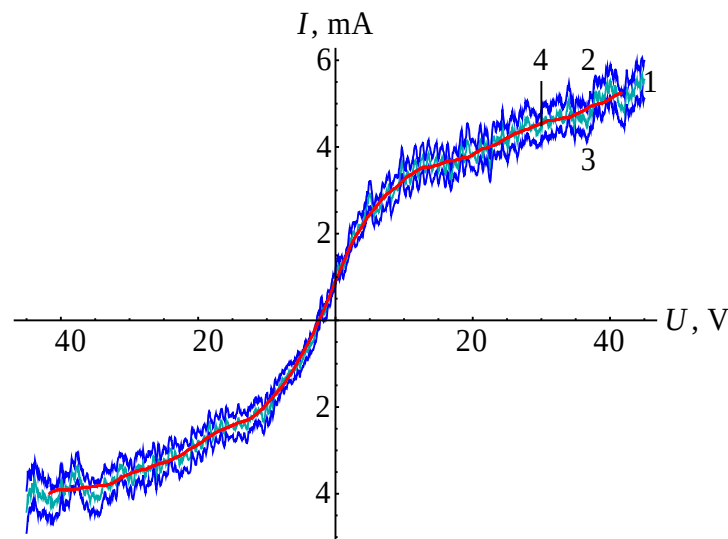


Рис. 24 Результаты усреднения ВАХ: 1 - зависимость среднего тока от напряжения по усредненной выборке (U_m, I_m) ; 2, 3 – границы доверительного интервала $(I_m \pm \Delta I_m)$; 4 – сглаженная методом скользящего среднего зависимость $I(U)$.

Отметим, что за исключением нескольких точек, усредненная кривая $I(U)$ лежит в пределах доверительного интервала и ее использование в качестве оценки ВАХ статистически обосновано.

3.3.2 Характеристики плазмы

Для определения температуры электронов и плотности электронов необходимо найти ионные токи насыщения. Для этого в областях минимального и максимального значения напряжения делались выборки из сглаженной зависимости $I(U)$. По этим выборкам, методом наименьших квадратов (МНК) определялись параметры прямых, соответствующих токам насыщения i_{1+} и i_{2+} (рис. 17.а). Далее строилась зависимость $\ln((I + i_{1+})/(i_{2+} - I))$ от напряжения U и методом наименьших квадратов определялись параметры соответствующей прямой (рис. 25.б). Коэффициент при U этой прямой равен e / kT_e , т.е. обратной температуре электронов, выраженной в eV.

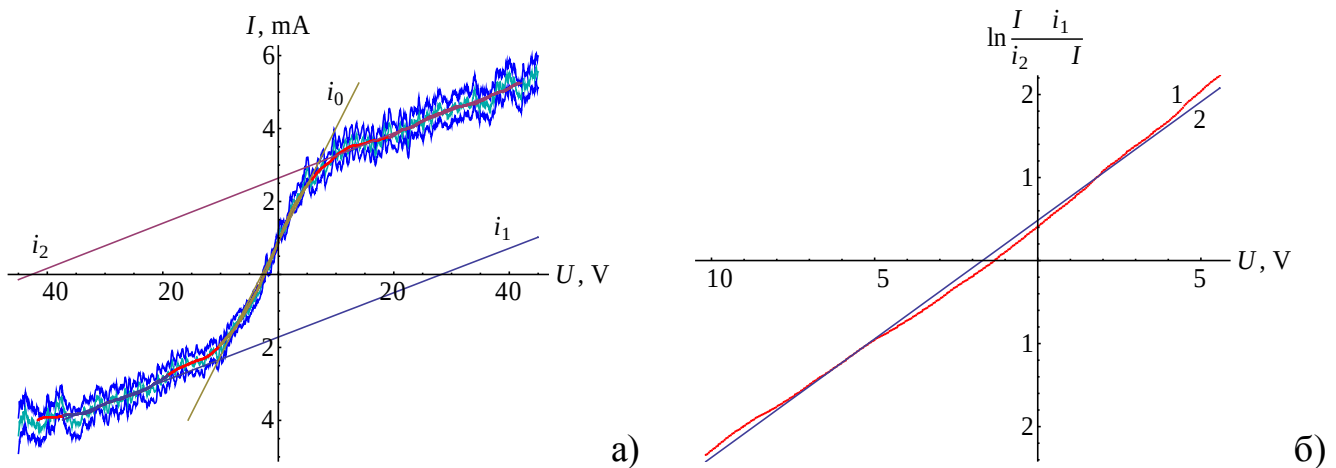


Рис. 25 а) Ионные токи насыщения i_{1+} , i_{2+} и ток i_0 в окрестности $U = 0$, построенные по МНК. б) Зависимость $\ln((I + i_{1+})/(i_{2+} - I))$ от напряжения U : 1 – экспериментальная кривая, 2 – прямая по МНК.

Альтернативным способом определения T_e являлся анализ ВАХ в области $U = 0$. Аналогично i_{1+} и i_{2+} , строился ток i_0 по выборке в районе $U = 0$, и определялось значение $(dI/dU)_0$ – производная ВАХ при $U = 0$. Температура электронов вычислялась по формуле (2). При известной T_e , плотность ионов определялась из соотношения (3).

На рисунке 26 представлены сравнительные графики зависимости

температуры электронов и концентрации ионов от мощности разряда:

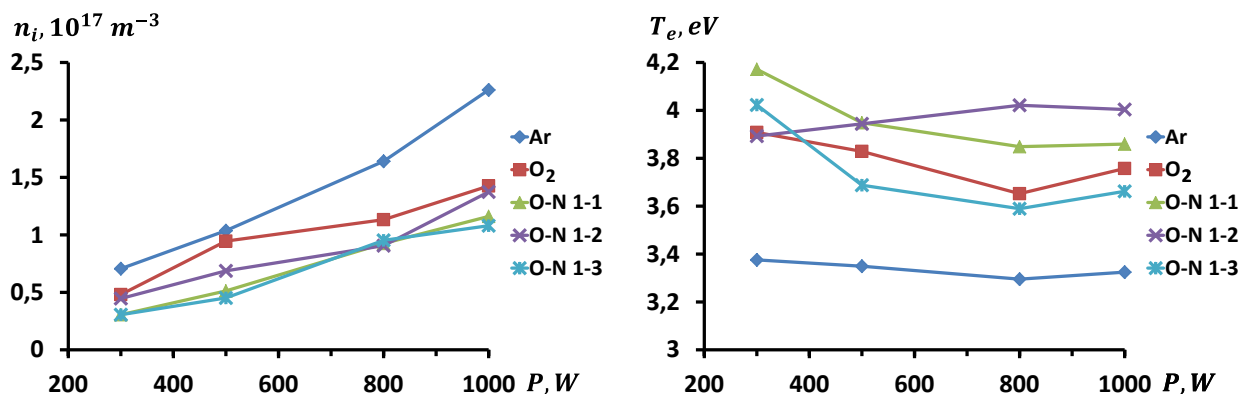


Рис. 26 Зависимости концентрации положительных ионов n_i и температуры электронов T_e от мощности источника разряда P .

Из анализа зависимостей, показанных на рисунке 26 можно сделать заключения: 1) в металлическом режиме (атмосфера Ar) температура и концентрация ионов растет линейно с увеличением мощности; 2) в оксинитридном режиме (атмосфера смеси O_2 и N_2) и чистом O_2 наблюдается линейный рост концентрации и снижение температуры электронов; 3) изменение соотношения газовой смеси не оказывает заметного эффекта на параметры плазмы, однако при максимальном значении концентрации азота в плазме, количество носителей и температура минимальны; 4) температура электронов в аргоновой плазме ниже, чем в кислородосодержащей плазме, это указывает на увеличение объема плазмы; 5) скорость распыления в аргоновой плазме выше, нежели в атмосфере кислорода, вследствие расхода O_2 на окисление титана.

На рисунке 27 представлены сравнительные графики зависимости температуры электронов и концентрации положительных ионов от расстояния зонд-магнетрон L .

Из рисунка 27 видно, что: 1) с увеличением расстояния зонд-магнетрон плотность ионов, т.е. концентрация электронов уменьшается, и в случаях распыления в аргоне и кислороде уменьшается быстрее; 2) температура

электронов с увеличением расстояния сначала уменьшается а потом увеличивается, наименьшее значение температуры наблюдается в плазме аргона на расстоянии 55мм; 3) на каждом расстоянии в оксинитридных режимах соотношение газовой смеси и мощность не оказывают заметного влияния на значения характеристик плазмы, но в случае О-N 1-3 значения минимальны; 4) на расстоянии 135мм в многих режимах нам не удалось определить ни концентрацию электронов n_i и ни температуру электронов T_e . Это связано с тем, что зонд находится практически вне плазмы.

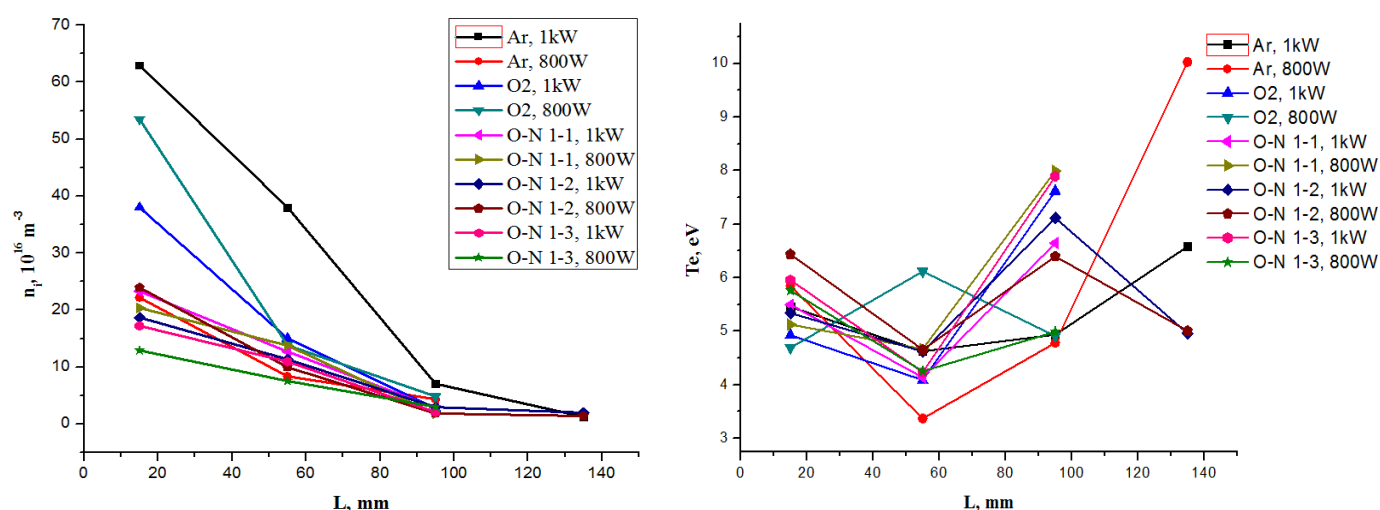


Рис. 27 Зависимости концентрации и температуры электронов T_e от расстояния L .

3.4 Измерение толщины покрытий на подложке из кремния

Были измерены толщины пленок на основе оксидов и оксинитридов титана, полученных при различных режимах. Результаты измерения представлены в таблице 3.

Таблица 3. Таблица значений толщины покрытий.

	TiO ₂ , P=1кВт, U _{см} =0	TiO ₂ , P=1кВт, U _{см} =-100 В	TiO ₂ , P=1.2кВт, U _{см} =0	TiO ₂ , P=1.2кВт, U _{см} =-100В	TiON 1-1, P=1кВт, U _{см} =0	TiON 1-1, P=1кВт, U _{см} =-100В
n , показатель преломления	2.35	2.29	2.40	2.34	2.31	2.29
h_{ave} , толщина	255.8нм	276.8нм	312.9нм	333.9нм	291.3нм	276.8нм

покрытия						
v , скорость осаднения	2.84 нм/мин	3.08 нм/мин	3.48 нм/мин	3.71 нм/мин	3.24 нм/мин	3.08 нм/мин
	TiON 1-1, $P=1.2\text{кВТ}$, $U_{\text{см}}=0$	TiON 1-1, $P=1.2\text{кВТ}$, $U_{\text{см}}=-100\text{В}$	TiON 1-2, $P=1\text{кВТ}$, $U_{\text{см}}=0$	TiON 1-2, $P=1\text{кВТ}$, $U_{\text{см}}=-100\text{В}$	TiON 1-2, $P=1.2\text{кВТ}$, $U_{\text{см}}=0$	TiON 1-2, $P=1.2\text{кВТ}$, $U_{\text{см}}=-100\text{В}$
n , показатель преломления	2.36	2.45	2.28	2.32	2.32	2.36
h_{ave} , толщина покрытия	310.5 нм	345.2 нм	271.9 нм	267.7 нм	311.0 нм	334.7 нм
v , скорость осаднения	3.45 нм/мин	3.84 нм/мин	3.02 нм/мин	2.97 нм/мин	3.46 нм/мин	3.72 нм/мин

Из таблицы можно сделать заключения: 1) при приложении отрицательного смещения к подложке, толщина пленки на основе оксидов титана увеличивается на 20 нм, а толщина пленки на основе оксинитридов титана уменьшается на 15 нм; 2) при увеличении мощности разряда толщина пленки на основе оксидов титана и TiON 1-2 без смещения увеличивается на 40 нм, при добавлении смещения на 60-70 нм, а в случае TiON 1-1 рост существенно меньше; 3) добавление азота не оказывает заметного влияния на толщину пленки, т.е. на скорость осаднения покрытий; 4) наивысшая скорость распыления наблюдается в случае TiON 1-1, $P=1.2\text{кВТ}$, $U_{\text{см}}=-100\text{В}$, и составляет 3,84 нм/мин.

3.5 Структура и основные физико-механические характеристики осажденных покрытий оксидов и оксинитридов титана

В настоящем разделе представлены результаты исследования элементного состава, структуры покрытий, морфологии поверхности и физико-механических характеристик полученных покрытий. Анализ этих данных позволит сделать выводы относительно установления оптимальных режимов роста пленок оксидов и оксинитридов титана в плазме аномального

разряда магнетронного типа.

В качестве подложки для нанесения покрытий использовались образцы нержавеющей стали L316. Параметры напыления: мишень для распыления – Ti, рабочее давление в камере – 0,1 Па, мощность – 1 кВт, скорость натекания рабочего газа 5 мл в минуту, расстояние между подложкой и магнетроном – 100 мм. Осаждение оксида титана TiO_2 производилось в атмосфере кислорода O_2 . Осаждение оксинитридов титана осуществлялось при различных соотношениях массового расхода азота N_2 и кислорода O_2 в составе рабочей атмосферы: $p(O_2)/p(N_2) = 1/1$ (TiON-1/1) и $p(O_2)/p(N_2) = 1/3$ (TiON-1/3).

Температура подложки в процессе осаждения составляла 120°C. Условия формирования исследованных образцов покрытий и их элементный состав, представлены в табл. 4.

Таблица 4. Характеристики исследованных образцов покрытий (по данным EDX)

Образец	N, ат.%	O, ат.%	Ti, ат.%
TiO_2	-	84.41	15.59
TiON-1/1	5.71	80.27	14.02
TiON-1/3	6.16	80.01	13.83

Морфология поверхности и элементный состав покрытий исследовались с использованием сканирующего электронного микроскопа (SEM) ESEM Quanta 400 FEG, FEI, со встроенным EDX-анализатором (EDSanalysis system Genesis 4000, S-UTW-Si(Li)detector), работающим в условиях высокого вакуума (10^{-5} Па). Анализ SEM-изображений и определение линейных размеров элементов, составляющих покрытия («зерен»), проводились методом секущих с использованием программы Adobe-PhotoshopCS3.

Рентгеноструктурные исследования проведены с применением дифрактометра Bruker D8 Advance. Кристаллические фазы определялись в

2 θ геометрии, излучение Cu- K_{α} ($\lambda=0.15418$ нм). Все покрытия исследовались при следующих условиях: параметры анализирующего пучка 40 кВ и ток 20 мА, диапазон углов (4–100) $^{\circ}$, шаг сканирования 0.02 $^{\circ}$, время экспозиции 6 сек.

Для анализа фазового состава покрытий использовалась базы данных PDF-4 International Center for Diffraction Data (ICDD). Объемные доли различных фаз и параметры решетки покрытий рассчитывались по характеристикам дифракционных максимумов с использованием программы PowderCell2.4 и базы данных кристаллических структур неорганических веществ ICSD (Inorganic Crystal Structure Data base). Размер кристаллитов D_{hkl} определялся согласно формуле Шеррера:

$$D_{hkl} = n\lambda/\beta\cos\theta, \quad (9)$$

где D_{hkl} – размер кристаллита в направлении перпендикулярном плоскостям дифракции hkl ; n – коэффициент, зависящий от формы частицы (равен 1); λ – длина волны анализирующего рентгеновского пучка; β – экспериментальная ширина дифракционного пика на полуширине интенсивности линии в радианах. Относительная деформация кристаллической решетки рассчитывалась согласно уравнению (10):

$$\frac{\Delta d}{d} = \beta/4\operatorname{tg}\theta, \quad (10)$$

где $\frac{\Delta d}{d}$ – величина относительной микродеформации решетки в направлении перпендикулярном плоскости “отражения” hkl .

Шероховатость поверхности покрытий оценивалась по значениям параметра R_a вертикальных неровностей профиля с помощью измерительной системы Talysurf 5–120 (Taylor-Hobson, UK). Величина R_a определялась как среднее арифметическое отклонение профиля в пределах базовой длины 1.5 мм согласно ГОСТ 2789-73.

Структура и топография поверхности покрытий являются одним из важных параметров, определяющих адгезию клеток. SEM-изображения

поверхности образцов, представлены на рис. 28.

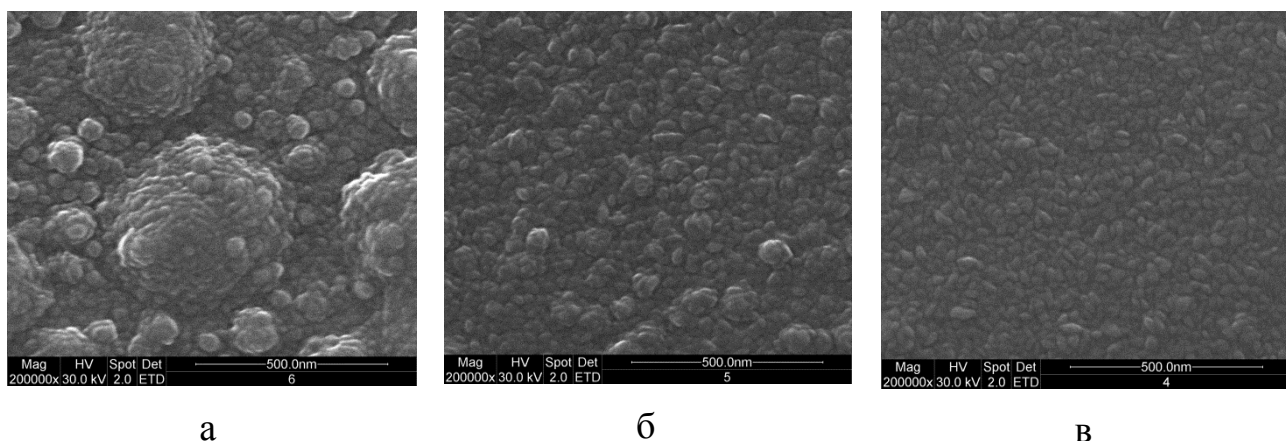


Рис. 28. SEM-изображение поверхности образцов TiO_2 (а), TiON-1/1 (б) и TiON-1/3 (в).

Как видно из данных рисунка 28, структура поверхности покрытия имеет довольно сложный рельеф, однако поверхность является достаточно однородной, без видимых дефектов (трещин, пор, кратеров и др.). Элементами структуры покрытия являются скопления мелких и одинаковых по форме частиц, с размерами несколько десятков нанометров – агломераты, представляющие собой фрагменты куполообразной формы («зерна»). Это хорошо иллюстрируют изображения, полученные методом атомной сканирующей микроскопии (АСМ), представленные на рисунке 29.

Отдельные зерна имеют «тонкую структуру» и состоят из столбчатых нанокристаллических элементов с размерами порядка единиц нанометров (субструктура), перпендикулярных к границе раздела подложка/пленка. При используемых режимах осаждения покрытия имеют столбчатую (колумнарную) структуру [19].

Формирование и рост покрытия идет за счет образования островков, и последующего увеличения их площади до смыкания друг с другом. С увеличением времени распыления рельеф покрытий становится более выраженным.

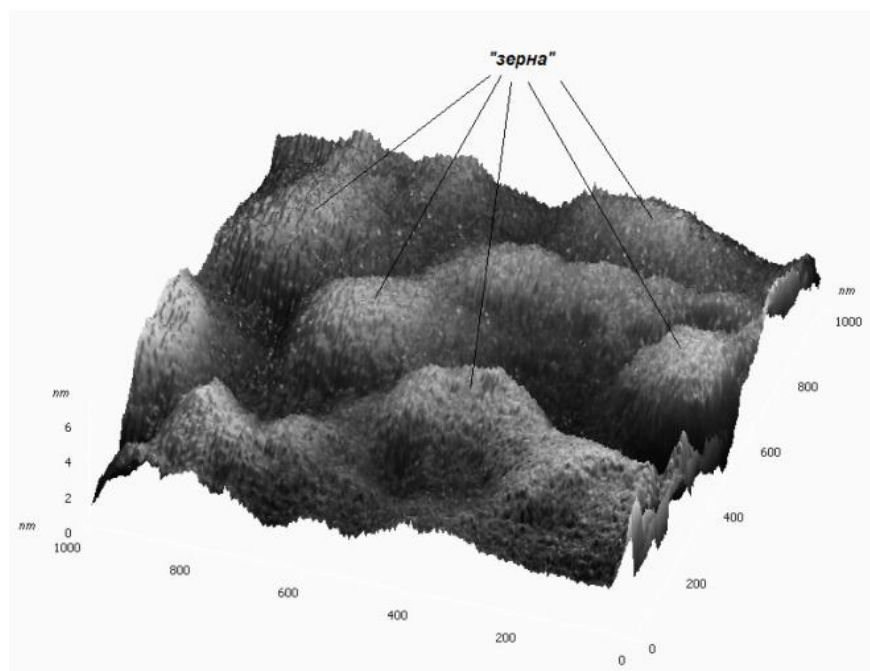


Рис. 29. АСМ изображение поверхности покрытия TiO_2 .

Для количественной оценки параметров «зерен» были построены гистограммы распределения островков по размеру (Рис. 30).

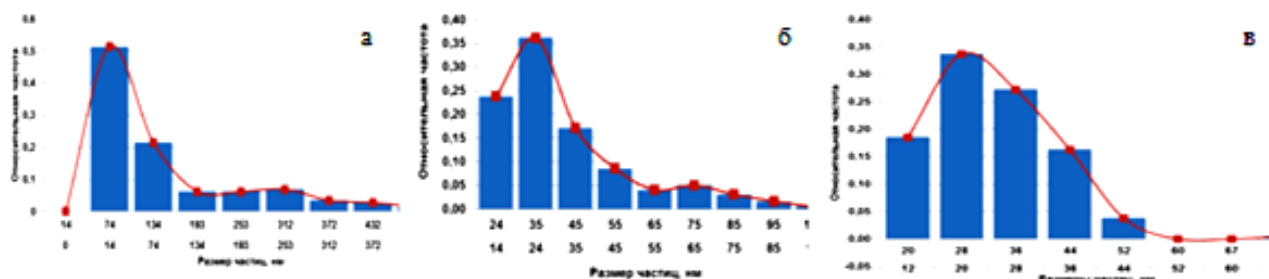


Рис. 30 Гистограмма распределения островков по их размерам образцов TiO_2 (а), TiON-1/1 (б) и TiON-1/3 (в).

Было установлено, что для образцов TiO_2 (рис. 30 (а)) распределение фрагментов по размерам соответствует двум масштабным уровням, т.е., имеет бимодальный характер, с максимумами при 47 нм (в интервале 14–134 нм) и 280 нм (в интервале 134–374 нм). Средний размер «зерна» составляет 115 нм.

Для образцов TiON-1/1 (рис. 30 (б)) распределение имеет также

бимодальный характер с максимумами при 30 нм и 70 нм. Амплитуда максимума при 70 нм меньше амплитуды при 30 нм приблизительно в 7 раз. Средний размер «зерна» составляет 31 нм.

Для образцов TiON-1/3 (рис. 30 (в)) распределение имеет унимодальный характер с максимумом при 25 нм и средним размером частиц («зерен») 28 нм.

Таким образом, полученные данные показывают:

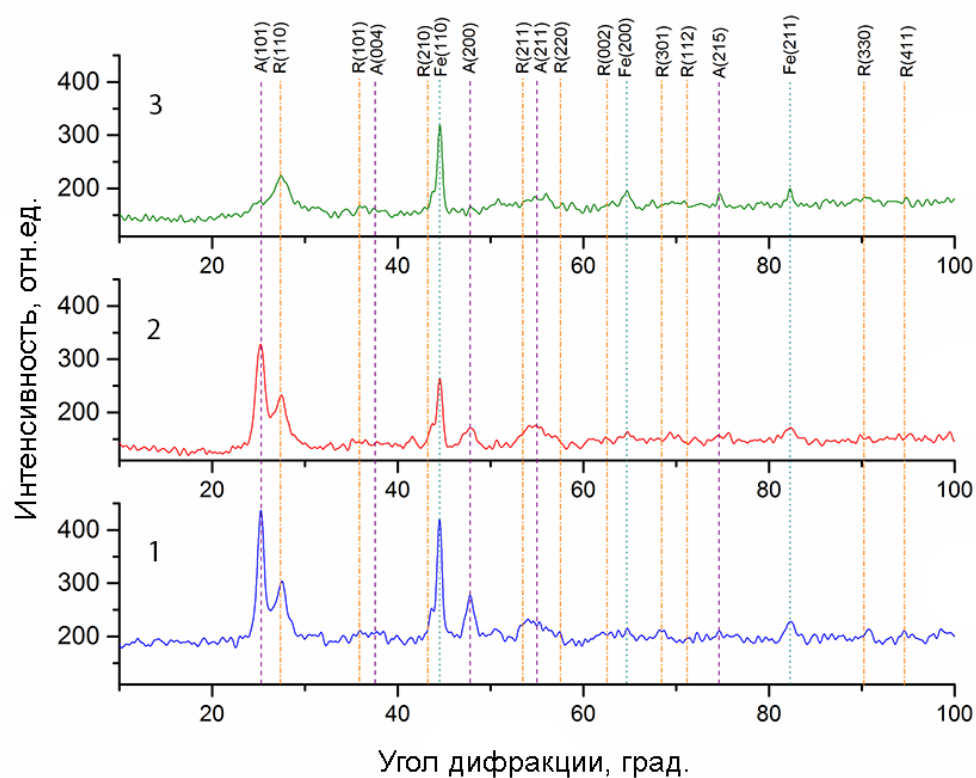
1) увеличение парциального давления азота в составе реактивного газа приводит к изменению функции распределения элементов структуры покрытия по размерам от отчетливо бимодального для образцов TiO₂ (рис. 28 (а)) до унимодального для образцов TiON-1/3 (рис. 28 (в));

2) рост парциального давления азота приводит к «измельчению» структурных элементов покрытия от 115 нм для образцов TiO₂ до 28 нм для образцов TiON-1/3;

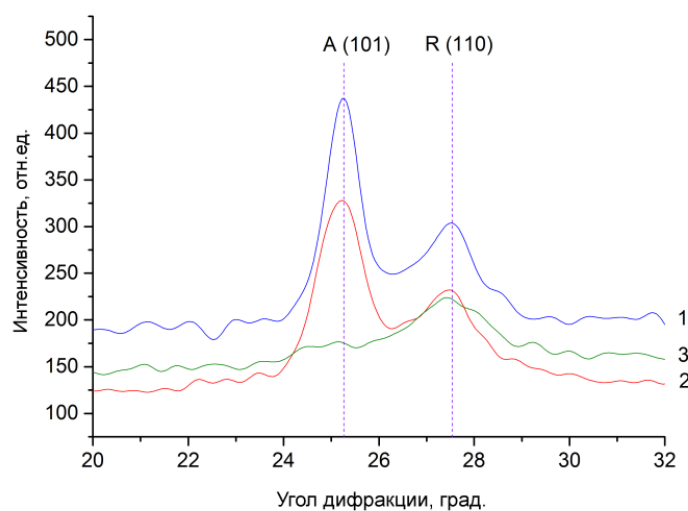
3) рост парциального давления азота приводит также к изменению формы структурных элементов покрытия от сферической для образцов TiO₂ (рис. 28 (а)) до «стержнеподобной» (форма рисового зернышка) для образцов TiON-1/3 (рис. 28 (в)).

Элементный анализ покрытий, осажденных в среде кислорода с азотом выполненный методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии (EDX) показывает, что в пленке TiO₂ присутствуют титан и кислород, в пленке Ti-O-N – титан кислород и азот. Данные об элементном составе покрытий, выращенных в различных условиях, полученные EDX анализом представлены в табл. 4. Оценка отношения концентрации элементов в покрытии, выполненная по данным РЭС показывает: отношение концентрации кислорода к титану в пленке TiO₂ O/Ti = 1,97; в пленке Ti-O-N – O/Ti = 2; N/Ti = 0,55; N/O = 0,35.

На рис. 31 (а) представлены дифрактограммы для образцов с покрытиями TiO₂ и Ti-O-N.



а



б

Рис. 31 Дифрактограммы от образцов с покрытиями из TiO_2 и Ti-O-N с различным содержанием азота (а) и изменение интенсивности дифракционных пиков (б): 1 – TiO_2 ; 2 – TiON-1/1 ; 3 – TiON-1/3 (А – анатаз; R – рутил; Fe – железо).

Как видно из рисунка 31, на дифрактограммах присутствуют рефлексы, соответствующие диоксиду титана в виде двух фазовых модификаций: анатаза и рутила с тетрагональной структурой, а также пики от фазы $\alpha\text{-Fe}$

(объемно-центрированная кубическая структура), относящиеся к материалу подложки.

Анализ дифракционных картин от образцов с покрытиями TiO_2 и Ti-O-N показал, что увеличение содержания азота в покрытиях приводит к изменению интенсивности дифракционных рефлексов (рис. 31 (б)), что обусловлено изменением фазового состава покрытий.

Установлено (табл. 5), что при содержании азота в покрытии от 0 ат % до 5.71 ат% объемная доля анатаза составляет ~60 ат %, тогда как рутила только ~30 ат %. При увеличении содержания азота в составе покрытия до 6.16 ат % объемная доля анатаза резко уменьшается до ~22 ат %, тогда как объемная доля рутила наоборот возрастает до ~68 ат %. Данные, характеризующие фазовый состав покрытий представлены в таблице 5.

Таблица 5. Данные о фазовом составе, параметрах кристаллической решетки, размерах областей когерентного рассеяния (ОКР) и микродеформациях, рассчитанные с помощью программы PowderCell 2.4 для образцов с покрытиями Ti-O-N .

Покрытие	Параметры решетки, нм		Объемная доля фазы, %		$\Delta d/d$		Средний размер ОКР (D), нм	
	анатаз	рутил	анатаз	рутил	анатаз	рутил	анатаз	рутил
TiO_2	a=0.38020	a=0.45982	60	38	0.0065	0.0061	15	15
	c=0.95485	c=0.30065						
TiON-1/1	a=0.37883	a=0.45837	58	38	0.0067	0.0061	10	9
	c=0.95627	c=0.29565						
TiON-1/3	a=0.37578	a=0.45990	22	68	0.0062	0.0058	9	8
	c=0.96790	c=0.29401						

Кроме изменения фазового состава, было обнаружено, что в образце с 6.16 ат.% азота в покрытии ширина линий фаз рутила и анатаза достигает нескольких градусов (рис. 31(б)) и значительно превосходит ширину рефлексов фазы $\alpha\text{-Fe}$. Существует две причины, которые могут вызвать размытие рентгеновских линий – малые (менее 100 нм) размеры областей когерентного

рассеяния (ОКР) и наличие микроискажений кристаллической решетки [20].

В табл. 5 приведены результаты измерений размеров ОКР, микродеформаций 1-го рода ($\Delta d/d$) в фазах анатаза и рутила для образцов с покрытиями Ti-O-N при различной концентрации азота. Как видно из данных таблицы 5, в покрытиях оксида титана (образцы TiO₂, в составе покрытия азот отсутствует), как фаза рутила, так и фаза анатаза характеризуются небольшими размерами ОКР ($D \leq 15$ нм). При введении азота в состав покрытия (образцы TiON-1/1 и TiON-1/3), размеры ОКР уменьшаются до значений $D \leq 8$ нм.

Расчет значений параметров решеток для кристаллических фаз покрытия показал, что при увеличении концентрации азота в покрытии значение параметра решетки a в фазе анатаза уменьшаются, а c увеличиваются, в то время как для рутила наблюдается противоположная картина, параметр c решетки уменьшается (см. табл. 5). Одной из возможных причин такого изменения параметров решеток может быть встраивание азота в решетку фаз рутила и анатаза.

Таким образом, несмотря на рост концентрации азота в атмосфере реактивного газа и в составе покрытия, основной кристаллической фазой покрытия является диоксид титана в форме анатаза и рутила. Однако, введение азота в состав газовой смеси, приводит к существенному изменению структуры покрытия, оказывает влияние на изменение параметров кристаллической решетки, соотношение компонентов кристаллической фазы покрытия и, соответственно, размер ОКР.

В ходе работы были исследованы физико-механические свойства. Нанотвердость измерялась методом царапания, а модуль Юнга - методом кривых нагружения-разгружения при нагрузке 3 и 5 мН.

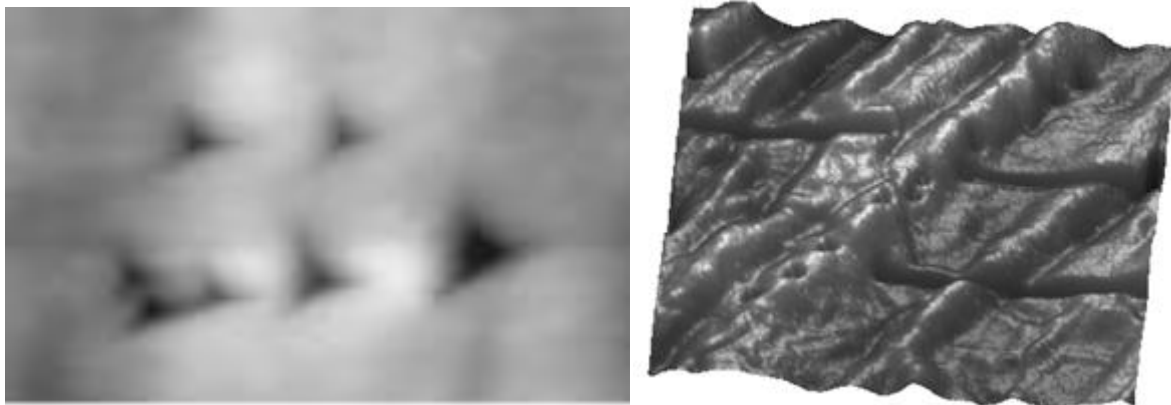


Рис. 32 2D изображение следов наноиндентирования и 3D изображение следов царапания, полученные с помощью прибора NanoScan

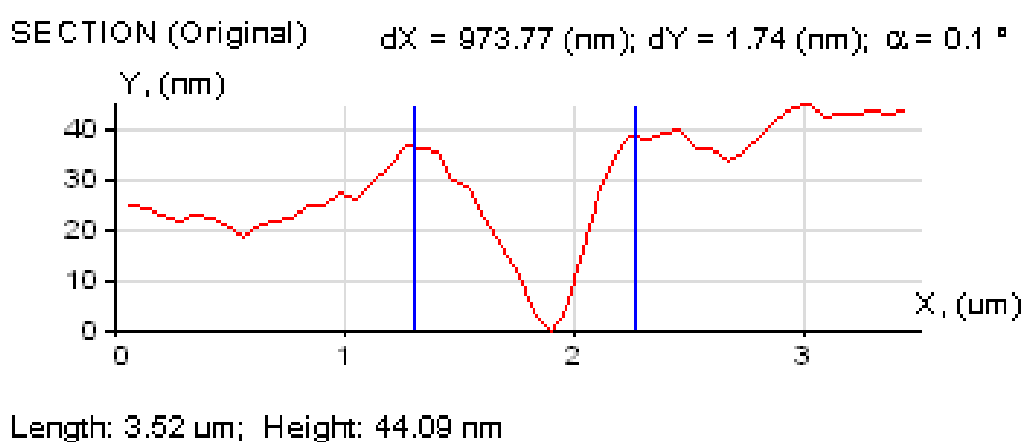


Рис. 33 Профиль царапины, с помощью которого определяется ее ширина.

На рисунках 32 и 33 представлены 2D изображение следов наноиндентирования и 3D изображение следов царапания, полученные с помощью прибора NanoScan, а также профиль царапины, с помощью которого определяется ее ширина.

Основные результаты измерения физико-механических характеристик представлены в таблице 6.

Данные таблицы 6 показывают высокие значения нанотвердости. Достаточно высокое значение модуля Юнга свидетельствует о высокой механической прочности и хороших упругих свойствах осажденных покрытий. Это также означает, что уменьшается вероятность образования трещин на поверхности покрытия. Прослеживается отчетливая зависимость нанотвердости

от толщины покрытия.

Таблица 6. Физико-механические характеристики TiO₂ и Ti-O-N покрытий. t – время напыления, L – толщина покрытий, $\langle H \rangle$ – среднее значение нанотвердости, $\langle E \rangle$ – модуль Юнга.

Покрытие	Время осаждения t , мин	Толщина покрытия L , нм	$\langle H \rangle$, GPa	$\langle E \rangle$, GPa
TiO ₂	30	100±5	3,8	52,3±3,0
	90	220±5	7,3	65,6±1,0
TiON-1/1	60	260±5	6,9±0,9	94,0±1,0
TiON-1/3		280±5	3,5±0,4	57±9

Кроме вышеизложенного, из данных, представленных в табл. 6. видно, что в исследованном интервале толщин пленок от 0,1 мкм до 0,5 мкм наблюдается рост значений нанотвердости и модуля упругости.

С увеличением концентрации кислорода в камере наблюдается снижение значения нанотвердости и модуля Юнга, однако в целом покрытия Ti-O-Нобладают лучшими характеристиками, чем TiO₂.

Измерение на воздухе контактного угла смачивания воды (θ_b) и глицерина (θ_r) показывают (табл. 7), что все полученные покрытия обладают свойствами гидрофобности.

Таблица 7. Данные о толщине (L), шероховатости (R_a , R_z), электрическом потенциале (V) и контактных углах смачиваемости (θ_b , θ_r) TiO₂ и Ti-O-N покрытий

Образец	TiO ₂	TiON-1/1	TiON-1/3
L , нм	192.7±0.09	175.9±0.12	187.0±0.20
R_a , нм	28.0	25.8	29.5

R_z , нм		224	274	266
Контактный угол	Образец	Подложка L316	#II Ti-O-N	#III Ti-O-N
	θ_b (град)	73.7(± 1.80)	105.7(± 0.9)	112.1(± 1.8)
	θ_r (град)	69.0(± 4.70)	98.8(± 3.3)	95.8(± 10.4)

Заключение

В выполненной работе методом ОЭС определены характерные линии элементов: аргона (Ar) с длиной волны 750,4, 763,5 и 810,4 нм; кислорода (O_2) 524, 558, 595, 777 и 848 нм; азота (N_2) 336,9 и 357,5 нм. Были определены точки перехода распыления: из металлического в оксидный при значении объемного расхода кислорода 4.6мл/мин, из металлического в нитридный при значении объемного расхода азота 4.7мл/мин.

Методом зонда Ленгмюра была исследована зависимость параметров плазмы магнетронного разряда от мощности разряда и состава реактивной газовой смеси при распылении титановой мишени. Значения температуры электронов T_e находятся в интервале 3.5эВ - 5.7эВ, концентрация ионов n_i : $0.25 - 2.4 \times 10^{17} \text{ м}^{-3}$. Рост мощности разряда приводит к увеличению концентрации ионов и уменьшению температуры электронов, с увеличением мощности от 300Вт до 1000Вт, n_i при металлическом режиме увеличивается от $0.65 \times 10^{17} \text{ м}^{-3}$ до $2.4 \times 10^{17} \text{ м}^{-3}$. При реактивных режимах концентрация ионов ниже, чем при металлическом, а температура электронов выше, n_i при металлическом режиме и мощности 1000Вт на $1 \times 10^{17} \text{ м}^{-3}$ выше, чем при оксидном режиме. Соотношение парциальных давлений реактивных газов не оказывает существенного влияния на параметры плазмы.

Результаты измерения температуры подложки показал, что с ростом времени распыления температура подложки увеличивается, наивысшая температура наблюдается в случае распыления в кислороде при мощности 1.2кВт, равная 87.1°C ; увеличение мощности разряда приводит к повышению температуры подложки; состав газовой смеси оказывает влияние на температуру подложки.

По результатам измерения толщины покрытий можно сделать заключения: приложение отрицательного смещения к подложке оказывает влияние на

толщину покрытий; увеличение мощности разряда приводит к увеличению толщины пленки; добавление азота не оказывает заметного влияния на толщину; наивысшая скорость распыления наблюдается в случае TiON 1-1, $P=1.2\text{кВт}$, $U_{\text{см}}=-100\text{В}$, и составляет $3,84\text{нм/мин}$.

Результаты исследования топографий покрытий и структурного анализа показали, что рост парциального давления азота приводит к: 1) измельчению структурных элементов покрытий от 115нм для TiO_2 до 28нм для TiON 1-3; изменению формы зерен от сферичечкой для TiO_2 до стержнеподобной для TiON 1-3; 3) изменению фазового состава покрытий, объемная доля фазы рутила увеличивается от 38% для TiO_2 до 68% для TiON 1-3.

По результатам исследования полученные покрытия могут быть отнесены к классу нанокompозитных материалов с улучшенными физико-механическими свойствами, такими как высокая твёрдость ($H > 40 \text{ ГПа}$), упругое восстановление ($We > 70 \%$).

Список литературы

1. B. Subramanian, C.V. Muraleedharan, R. Ananthakumar, M. Jayachandran// Surface&CoatingsTechnologyN. 205 (2011) P. 5014–5020.
2. Мамаев А.И., Рамазанова Ж.М., Савельев Ю.А., Бутагин П.И. Патент РФ №2077612. Способ нанесения покрытия на вентильные металлы и их сплавы. №11 - 20.04.97.
3. Орловский В.П., Суханова Г.Е., Ежова Ж.А., Родичева Г.В. Гидроксилапатитная биокерамика //Ж. неорганической химии, 1991, т.36, №6, С.683-689.
4. Huang N. et al. // Nucl. Instr. Meth. B. 2006. N. 242. P. 18.
5. Кузьмичёв А. И. Магнетронные распылительные системы. — Киев: «Аверс», 2008.
6. Оптическая спектроскопия
http://www.opticview.ru/content/methods/optic_spektr/
7. Хаддлстоун Р., Леонард С. Диагностика плазмы. М.: Мир, 1967. С. 515
8. Андреев В.Л., Брагин, И.В. Михайлов В.Ф. Диагностика плазмы зондами проводимости: Учеб. пособие. СПб.:СПбГУАП, 2000. 104 с.
9. Lieberman M.A., Lichtenberg A.J. Principles of Plasma Discharges and Materials Processing. Hoboken, NJ: Wiley-Interscience, 2005. P. 757. DOI: 10.1002/0471724254
10. Каган Ю.М., Перель В.И. //УФН. 1963. Т. 81. С. 409.DOI: 10.3367/UFNr.0081.196311a.0409
11. Jing Yang, Pang Siqin, Zhou Lanyin. Investigation on the Bonding strength and other properties between different substrates and composite coatings. ACTA

ARMAMENTARII, Vol. 23, No. 4. 2002.

12. CERAC, Sputtering Targer, 1989

13. Song Wenlong, Deng Jianxin, Zhao Jinlong. The Effecting Factors of Adhesion on Magnetron SputteringThin Films. Tool Engineering, 2007, 41(10):20-23

14. Yu Li, Liu Jiwen, Zhao Jie. Effect of substrate temperature on the properties of ion plating TiN films. ACTA METALLURGICA SINICA, Vol. 32, N0. 12. 1996.

15. В.В. Азарова, В.В. Фокин. Эллипсометрический контроль тонких диэлектрических пленок SiO_2 и Ta_2O_5 при изготовлении прецизионных лфтерных зеркал. XI Межвузовской научной школы молодых специалистов "Концентрированные потоки энергии в космической технике, электронике, экологии и медицине". 2010.

16. G. Kolodnyi, Yu. Golyaev, V. Azarova, M. Rasyov, N. Tikhmenev, Ion beam optical coatings for visible and near IR lasers. Proc. SPIE, v.4350, 120÷125, 2000.

17. NIST Atomic Spectra Database <http://physics.nist.gov/>.

18. Reactive high rate d.c. sputtering: deposition rate, stoichiometry and features of tio_x and tin_x films with respect to the target mode. / S. Schiller, G. Beister, W. Seiber // Thin Solid Films.- 1984.- Vol.111.- P. 259-268.

19. M. E. Konischev, O. S. Kuzmin, A. A. Pustovalova, et.al. // Russian Physics Journal. 2014. V. 56. № 10. P. 1144-1149.

20. R.S. Vemuri, M. Noor-A-Alam, S.K. Gullapalli et.al.//Thin Solid Films. 2011. V. 520. P. 1446–1450.

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ41	Сунь Чжилэй

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	Физика конденсированного состояния вещества

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	1. <i>Стоимость материалов.</i> 2. <i>Зарплата руководителя проекта.</i> 3. <i>Зарплата исполнителей проекта.</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	1. <i>Нормы рабочего времени, выполнения проекта</i>
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	1. <i>Ставка налога отчисления во внебюджетные фонды.</i> 2. <i>Процент дополнительной заработной платы.</i>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	1. <i>Оценка конкурентоспособности проекта</i> 2. <i>Планирование работ в течении осуществления проекта.</i>
2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	1. <i>Планирование и расчет бюджета научной-исследовательской работы.</i>
3. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	1. <i>Определение эффективности и перспектив научного исследования.</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. <i>График проведения и бюджет НИ</i>
2. <i>Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ</i>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Верховская М.В.	Канд.экон.наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ41	Сунь Чжилэй		

4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Введение

В процесса поиска источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов, оценка коммерческой ценности работы является необходимым условием. При этом разработчики должны представить настоящее состояние и перспективы проводимых ими научных исследований.

Помимо превышения технических параметров над предыдущими разработками необходимо понимать коммерческую привлекательность научного исследования.

Целью раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» является проектирование и создание конкурентоспособных разработок, технологий, отвечающих современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Для достижение цели следует решить следующие задачи:

1. Определение коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения
2. Планирование научно-исследовательских работ;
3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.

4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Главная задача составляет создание биосовместимых покрытий на основе оксинитридов титана TiO_xNy методом реактивного магнетронного распыления, при этом обработана модель магнетронного распыления и исследованы структура и физико-механические характеристики полученных покрытий. Результат исследования имеет хороший перспектив и потенциал.

4.1.2 Технология QuaD

Технология QuaD(QUalityADvisor) представляет собой гибкий инструмент измерения характеристик, описывающих качество новой разработки и ее перспективность на рынке и позволяющие принимать решение целесообразности вложения денежных средств в научно-исследовательский проект.

Показатели оценки качества и перспективности новой разработки подбираются исходя из выбранного объекта исследования с учетом его технических и экономических особенностей разработки, создания и коммерциализации.

В соответствии с технологией QuaD каждый показатель оценивается экспертным путем по стобальной шкале, где 1 – наиболее слабая позиция, а 100 – наиболее сильная. Веса показателей, определяемые экспертным путем, в сумме должны составлять 1.

Таблица 8 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы	Максимальный балл	Относительное значение (3/4)	Средневзвешенное значение (5x2)
1	2	3	4	5	6
Показатели оценки качества разработки					
1. Надежность	20%	100	100	1	20

2. Унифицированность	5%	50	100	0,5	2,5
3. Уровень материалоемкости разработки	10%	20	100	0,2	2
4. Функциональная мощность (предоставляемые возможности)	10%	70	100	0,7	7
5. Ремонтопригодность	10%	90	100	0,9	9
Показатели оценки коммерческого потенциала разработки					
6. Конкурентоспособность продукта	10%	80	100	0,8	8
7. Уровень проникновения на рынок	10%	50	100	0,5	8
8. Перспективность рынка	10%	50	100	0,5	5
9. Цена	10%	30	100	0,3	3
10. Финансовая эффективность научной разработки	5%	70	100	0,7	3,5
Итого	100%	610	1000	6,1	68

Оценка качества и перспективности по технологии QuaD определяется по формуле:

$P_{cp} = \sum B_i \cdot B_i$, где P_{cp} – средневзвешенное значение показателя качества и перспективности научной разработки; B_i – вес показателя (в долях единицы); B_i – средневзвешенное значение i-го показателя.

Из проведенных расчетов можно сделать вывод, что перспективность проделанного исследования выше среднего.

4.1.3 SWOT-анализ

Для исследования внешней и внутренней среды выполняемого научного исследования проводят - SWOT-анализ. SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы).

Анализ проводится в несколько этапов.

Первый этап заключается в описании сильных и слабых сторон проекта, в выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде.

Результаты первого этапа SWOT-анализа представлена в таблице 9.

После того как сформулированы четыре области SWOT переходят к реализации второго этапа.

Таблица 9. SWOT-анализ

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта:	Слабые стороны научно-исследовательского проекта:
	С1. Заявленная экономичность технологии. С2. Экологичность технологии. С3. Квалифицированный	Сл1. Длительный период при некоторых видах исследований. Сл2. Отсутствие необходимого оборудования

	персонал. С4. Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями.	для проведения исследований. Сл3. Недостаток финансовых средств Сл4. Отсутствие инжиниринговой компании, способной построить производство под ключ
Возможности:		
В1. Интерес к подобным исследованиям со стороны иностранных партнеров В2. Использование научно-исследовательские достижения ТПУ В3. Ценовая стабильность на рынке товаров-конкурентов		
Угрозы:		
У1. Отсутствие спроса на новые технологии У2. Ограничения на экспорт технологии У3. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства		

После того как сформулированы четыре области SWOT переходят к реализации второго этапа.

Второй этап заключается в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Это соответствие или несоответствие должны помочь выявить степень необходимости проведения стратегических изменений.

Использование интерактивной матрицы помогает разобраться с различными комбинациями взаимосвязей областей SWOT.

Таблица 10. Интерактивная матрица работы

Сильные стороны проекта					
Возможности проекта		C1	C2	C3	C4
	B1	+	+	+	0
	B2	+	+	+	-
	B3	-	-	-	0

Анализ интерактивных таблиц представляется в форме записи сильно коррелирующих сильных сторон и возможностей, или слабых сторон и возможностей и т.д. следующего вида: B1C1C2C3; B2C1C2C3. Каждая из записей представляет собой направление реализации проекта. В таблице факторы помечаются: соответствие сильных сторон возможностям знаком плюс «+»; слабое соответствие знаком минус«-»; если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-» - знак«0» (таблица 10).

Третий этап включает в себя итоговую матрицу SWOT-анализа, которая приводится в магистерской диссертации (таблица 11).

Результаты SWOT-анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта.

Таблица 11. SWOT-анализ

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта: С1. Заявленная экономичность технологии. С2. Экологичность технологии. С3. Квалифицированный персонал. С4. Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями.	Слабые стороны научно-исследовательского проекта: Сл1. Длительный период при некоторых видах исследований. Сл2. Отсутствие необходимого оборудования для проведения исследований Сл3. Недостаток финансовых средств Сл4. Отсутствие инжиниринговой компании, способной построить производство под ключ
Возможности: В1. Интерес к подобным исследованиям со стороны иностранных партнеров В2. Использование научно-исследовательские достижения ТПУ В3. Ценовая стабильность на рынке	При использовании научно-исследовательских достижений ТПУ можно повысить снизить стоимость производимой продукции и тем самым заявить об экономичности, экологичности технологии, а также повышении квалификации персонала.	Научно-исследовательские достижения ТПУ могут быть использованы при отсутствии необходимого оборудования и недостатке финансирования.

товаров-конкурентов		
Угрозы: У1. Отсутствие спроса на новые технологии производства У2. Ограничения на экспорт технологии У3. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства	Заявленная экономичность и энергоэффективность может быть не оправдана при отсутствии спроса на новые технологии, ограничении на экспорт и несвоевременном финансировании научного исследования.	Отсутствие необходимого оборудования и длительность периода исследований может привести к отсутствию спроса на новые технологии.

Результаты SWOT-анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта.

Приведённый анализ показал, что технология, находясь на этапе разработки, имеет хорошие шансы на коммерциализацию, с учетом проявляемого интереса партнеров и удачных исследований. При этом, если переход разработки в стадию коммерциализации затянется, то возможна потеря спроса на готовую технологию.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

Для выполнения и планирования данной работы по теме *Диагностика процесса распыления и исследование структуры полученных покрытий методом реактивного магнетронного распыления*, сначала нужно ее разделить на несколько частей, то есть различные этапы:

1. Подготовительный этап. Выбор темы; изучение, анализ информации по

выбранной теме. Техничко-экономическое обоснование целесообразности проведения исследований по данной теме. Определение рабочей группы;

2. Формирование теоретической части. Выявление возможных направлений исследования;

3. Проведение экспериментов по теоретической части;

4. Количественная оценка экспериментального исследования, выбор параметров, проведение численного моделирования;

5. Корректировка разработанных параметров после получения результатов эксперимента;

6. Выводы и предложения по теме, обобщение результатов разработки. Составление технологического отчета;

7. Завершающий этап. Проведение анализа результатов исследования всей рабочей группы. Утверждение результатов работы. Подготовка отчетной документации.

Научные исследования выполнила группа, в состав которой входили научный руководитель, лаборанты, и магистрант.

Данную работу можно разделить на следующие этапы, как показано на таблице 12:

Таблица 12. Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Исполнители
Выдача задания	1	Составление и утверждение технического задания	науч. рук
Выбор направления	2	Подбор и изучение материалов по теме	науч. рук.,

исследований			маг.
	3	Выбор направления исследований	науч. рук.
Теоретические и экспериментальные исследования	4	Исследование покрытий на основе оксинитридов титана TiO_xNy , технологии нанесения покрытий	маг.
	5	Выбор материалов и методики для исследования	науч. рук.
	6	Изучить закономерности изменения механических свойств покрытий, полученных при различных режимах нанесения	лаб, маг.
Обсуждение результатов	7	Состав плазмы реактивного магнетронного разряда, переход работы мишени	лаб, маг.
	8	Физико-механические свойства покрытий на основе TiO_xNy	лаб, маг.
	9	Научное обоснование результатов и выводы	науч. рук, маг.
Составление отчета	10	Разработка плана по оформлению работы	науч. рук, маг.
	11	Оформление отчета по работе	маг.
Защита отчета	12	Защита ВКР	маг.

4.3 Определение трудоемкости выполнения работы

Важнейшей составляющей процесса формирования научной работы является определение трудоемкости мероприятий по выполнению работ.

Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{ожі}$, используется следующая формула:

$$t_{ожі} = \frac{3t_{\min i} + 2t_{\max i}}{5},$$

где $t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы чел.-дн.; $t_{\min i}$, – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.; $t_{\max i}$, – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.

Исходя из ожидаемой трудоемкости работ, определяется продолжительность каждой работы в рабочих днях T_{pi} , учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями:

$$T_{pi} = \frac{t_{ожі}}{Ч_i},$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб. дн.;

$t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-дн.

$Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

4.4 Разработка графика проведения научного исследования

Наиболее удобным и наглядным является построение ленточного графика проведения научных работ в форме диаграммы Ганта.

Диаграмма Ганта – горизонтальный ленточный график, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками,

характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}},$$

где T_{ki} – продолжительность выполнения i -й работы в календарных днях;

T_{pi} – продолжительность выполнения i -й работы в рабочих днях;

$k_{\text{кал}}$ – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{365}{365 - 52 - 14} = 1,22,$$

где $T_{\text{кал}}$ – количество календарных дней в году;

$T_{\text{вых}}$ – количество выходных дней в году;

$T_{\text{пр}}$ – количество праздничных дней в году.

Временные показатели проведения данного научного исследования представлены в таблице 13 (научный руководитель (р), студент(с)):

Таблица 13. Временные показатели проведения исследования

Название работы	Трудоёмкость работ						Исполнитель и		T_{pi} , дни		T_{ki} , дни	
	$t_{\min i}$, чел-дни		$t_{\max i}$, чел-дни		$t_{\text{ож } i}$, чел-дн и		р	с	р	с	р	с
	р	с	р	с	р	с						

1. Составление и утверждение технического задания	7	-	15	-	10	-	+	-	10	-	12	-
2. Подбор и изучение материалов по теме	20	20	40	40	28	28	+	+	14	14	17	17
3. Выбор направления исследований	6	-	15	-	10	-	+	-	10	-	12	
4. Исследование покрытий на основе оксинитридов титана TiO_xNy , технологии нанесения покрытий	-	7	-	15	-	10	-	+	-	10		12
5. Выбор материалов и методики для исследования	7	-	14	-	10	-	+	-	10	-	12	
6. Изучить закономерность	-	25	-	35	-	29	-	+	-	29		36

и изменения механических свойств покрытий, полученных при различных режимов нанесения												
7. Состав плазмы реактивного магнетронного разряда, переход работы мишени	-	6	-	10	-	8	-	+	-	8		10
8. Физико-механи ческие свойства покрытий на основе TiOxNy	-	11	-	23	-	16	-	+	-	16		20
9. Научное обоснование результатов и выводы	7	7	14	14	10	10	+	+	5	5	6	6
10. Разработка плана по оформлению	2	2	5	5	3	3	+	+	1,5	1,5	2	2

работы												
11. Оформление отчета по работе	-	20	-	30	-	24	-	+	-	24		30
12. Защита ВКР								+	-	1		1

4.5 Бюджет научно-технического исследования

Затраты на амортизацию оборудования рассчитываются по формуле:

$$З_{об} = (Ц \cdot F_{\phi}) / (F_n \cdot F_{cc}),$$

где Ц – цена оборудования, р.; F_n – номинальный фонд времени (рабочее время в году), ч; F_{cc} – срок службы оборудования, год; F_{ϕ} – фактическое время занятости оборудования в НИР, ч. $F_n = 365 - 104 - 11 = 250$ дней = 2000 ч.

Вычисленная амортизация оборудования представлена в таблице 14. Данные взяты на основе отчета лаборатории.

Таблица 14. Затраты на амортизацию оборудования

№	Наименование оборудования	Ц, р.	F_{cc} , год	F_{ϕ} , ч.	$З_{об}$, р.
1	Установка магнетронного распыления	2500000	15	40	3333
2	Спектрометр Avaspec3648	100000	20	48	120
3	Нанотвердомер	500000	10	32	800
4.	Профилометр	300000	15	20	200

5	компьютер	20000	8	640	800
ИТОГО:					5253

Приобретенные основные и вспомогательные материалы приведены в таблице 15. Данные взяты на основе отчета лаборатории.

Таблица 15. Основные материалы и комплектующие изделия

Наименование материала	Единица измерения	Количество	Цена за ед C_i , руб	Затраты на материалы $З_m$, руб
Основные материалы				
Титан технический чистый ВТ 1-0	кг	2,45	1550	3797,5
Аргон сорт высший	л	40	165	6600
Кислород	л	40	187	7480
Азот	л	40	107,5	4300
Вспомогательные материалы				
Шлифовальная бумага	шт	14	30	420
Ортофосфорная кислота	мл	500	0,257	128,5
Спирт	мл	500	0,12	60

Ангидрид хрома(CrO)	г	150	1182	177,3
Итого: 22963,3 руб				

Для выполнения данной работы требуется 3 исполнителя – заведующий лабораторией (зав. лаб.), младший научный сотрудник (м.н.с) и магистрант (маг). Поскольку в качестве инженера выступал дипломник, то зарплата начислялась только для заведующего лабораторией и младшего научного сотрудника.

Исходными нормативами заработной платы данных категорий работающих является оклад, определяющий уровень месячной заработной платы в зависимости от объема и ответственности работ.

Оклад рассчитывают по следующему выражению:

$$L_o = T_c \cdot T_{pi},$$

где T_c – тарифная ставка (данные НИИ ИФПМ);

T_{pi} — фактически отработанное время (Таблица 2).

Основную заработную плату рассчитывают следующим образом:

$$L_{осн} = L_o + 0,3 \cdot L_o,$$

где L_o - оклад;

$0,3 \cdot L_o$ - районный коэффициент (30% L_o).

Дополнительную заработную плату рассчитываются по формуле:

$$L_{доп} = 0,2 \cdot L_{осн},$$

Вычисленные затраты на заработную плату представлены в таблице 16.

Таблица 16. Затраты на заработную плату

№	Статьи	Зав. Лаб.	м.н.с
1	T_c , р./день	1600	880
2	T_{pi} , дн	48	6
3	L_o , р.	76800	5280
4	$0,3 * L_o$, р.	23040	1584
5	$L_{осн}$, р.	99840	6864
6	$L_{доп}$, р.	19968	1372,8
7	$\Sigma (L_{осн} + L_{доп})$, р.	119808	8236,8

Основная заработная плата составит: $99840 + 6864 = 106704$ р.

Дополнительная заработная плата составит: $19968 + 1372,8 = 21340,8$ р.

Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле:

$$\mathcal{E} = \mathcal{C} \times N \times n \times t_{\text{зан.ч}}$$

где $\mathcal{C}$ — стоимость 1 кВт/ ч электроэнергии, р.;

N — мощность оборудования, кВт;

n — количество единиц оборудования одного вида, ед.;

$t_{\text{зан.ч}}$ — время занятости оборудования, ч.;

Вычисленные затраты на электроэнергию представлены в таблице 17.

Таблица 17. Затраты на электроэнергию

No	Наименование оборудования	Цена, Ц, р.	N, кВт	n	$t_{\text{зан.ч}}$, ч.	Затраты, р.

1	Установка магнетронного распыления	2,7	1,5	1	45	182,3
2	Спектрометр Avaspec3648	2,7	0,5	1	45	60,8
3	Нанотвердомер	2,7	1,1	1	30	89,1
4	Профилометр	2,7	1,3	1	27	94,8
5	Компьютер	2,7	0,3	1	50	40,5
Итого:						467,5

Теперь сложим все прямые затраты на исследование (Таблица 18).

Таблица 18. Прямые затраты

№	Затраты	Сумма, р.
1	Основные и вспомогательные материалы	22963,3
2	Основная заработная плата	106704
3	Дополнительная заработная плата	21340,8
Итого:		151008,1

Расшифровка накладных расходов представлена в таблице 19 (данные НИИ ИФПМ).

Прочие накладные расходы составят 50% от основной заработной платы, т.е. $0,5 \times 106704 = 53352$ р.

Таблица 19. Накладные расходы

№	Затраты	Сумма, р.
---	---------	-----------

1	Амортизация оборудования	5253
2	Электроэнергия	467,5
3	Прочие	53352
Итого:		59072,5

Общие затраты на исследование будут равны сумме прямых и накладных затрат:

$$151008,1 + 59072,5 = 210080,6 \text{ р.}$$

Вывод

При планировании научно-исследовательской работы был произведен подсчет бюджета исследования. В процессе формирования бюджета были использованы группировки по материальным затратам (22963,3 руб), затратам по основной заработной плате исполнителей тем (106704 руб), затратам по дополнительной заработной плате (21340,8 руб), и накладным расходам (59072,5 руб). Всего бюджет составил 210080,6 руб. Данная оценка коммерческой ценности необходима, чтобы представлять состояние и перспективы проводимых научных исследований.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ41	Сунь Чжилэй

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	Физика конденсированного состояния вещества

Тема дипломной работы: Диагностика процесса распыления и исследование структуры покрытий оксинитридов титана, осажденных методом реактивного магнетронного распыления

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. <i>Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:</i> – <i>вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения)</i> – <i>опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы)</i> – <i>негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу)</i> – <i>чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера)</i>	<i>Рабочее место находится на кафедре ЭФ ТПУ в № 19 корпусе.</i> <i>Вредные факторы:</i> - Микроклимат - Электромагнитное излучение - Шум - Освещенность <i>Опасные факторы:</i> - Электрическое напряжение - Пожарная и взрывная природа
2. <i>Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме</i>	<i>Опасность поражения электрическим током:</i> - инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В; - ГОСТ 12.1.038-82. - ГОСТ 12.1.045-84. - ГОСТ 7399-97. - ГОСТ 13109-97. - СнпП 31-110-2003. <i>Микроклимат:</i> - ГОСТ 12.1.005. - СанПиН 2.2.4.548-96.

	<i>Шум:</i> - ГОСТ 12. 1. 003 – 83. - СНиП П-12-77.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: – физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)	<i>Вредные факторы:</i> 1 . Отклонение показателей микроклимата на рабочем месте 2 . Шум 3. Электромагнитное излучение 4. Освещенность
2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности – механические опасности (источники, средства защиты); – термические опасности (источники, средства защиты); – электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты); – пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения)	<i>Опасные факторы:</i> 1 . Электрическое напряжение 2 . Пожар
3. Защита в чрезвычайных ситуациях: – перечень возможных ЧС на объекте; – разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; – разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий	1. Сильные морозы 2. Диверсия <i>Разработать профилактические меры по устойчивой работе производства</i>
4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: – специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны	<i>Привести перечень ГОСТ СНиПов использованных в работе</i>
Перечень графического материала:	
<i>При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию (обязательно для специалистов и магистров)</i>	1, План размещения светильников 2, План Эвакуации

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
--	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Федорчук Ю.М.	д.т.н		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ41	Сунь Чжилэй		

5. Социальная ответственность

Введение

Выполнение работы по теме *«Диагностика процесса распыления и исследование структуры покрытий оксинитридов титана, осажденных методом реактивного магнетронного распыления»* требует проведение исследований на таких различных установках, как вакуумная электронная установка, установка по нанесению покрытий, спектрометр, микротвердомер и т.д. Основной задачей в выпускной квалификационной работе, является изучение влияния режимов нанесения на свойства покрытий, созданных на основе оксинитридов титана TiO_xNy и исследование структуры и свойств полученных покрытий. Поэтому рассмотрение безопасности и гигиены труда при выполнении работы по нанесению покрытий на установке импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ” особенно важно при проведении данного исследования. Основной задачей данной установки является нанесение комплексных оксидных (Ti-O) или оксинитридных (Ti-O-N) покрытий на различные материалы, например изделия медицинского назначения, в частности на внутрисосудистые стенты.

5.1 Техногенная безопасность

Работа установка импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ” осуществляется за счет питания от сети переменного тока напряжением 220 В, экспериментальные исследования проводятся в газовой среде (аргон, азот, кислород). При проведении работ на данной установке возможно воздействие таких вредных факторов таких, как:

1. Микроклимат;
2. Электромагнитное излучение;
3. Шум;

4. Освещенность.

Также возможно воздействие следующих опасных производственных факторов:

1. Электрическое напряжение;
2. Пожарная и взрывная природа.

5.1.1 Микроклимат

Микроклимат производственных помещений определяется действующими на организм человека сочетаниями температуры, влажности и скорости движения воздуха.

Отклонения данных параметров от нормы оказывает вредное влияние на человека, при этом обычно возникают ухудшение самочувствия работника, снижение эффективности работы и различные заболевания.

Неблагоприятные условия могут вызывать перенапряжение механизма терморегуляции, что ведет к перегреву или переохлаждению организма. Высокая температура приводит к быстрой утомляемости работника, может привести к перегреву организма, тепловому удару. А низкая температура может вызвать местное или общее охлаждение организма, и привести к простудному заболеванию либо обморожению.

Высокая относительная влажность при высокой температуре воздуха способствует перегреванию организма, при низкой температуре увеличивается теплоотдача с поверхности кожи. Низкая влажность вызывает неприятные ощущения в виде сухости слизистых оболочек дыхательных путей работающего.

Для удобства работы в помещении необходимо нормирование параметров микроклимата (таблица 20) и применение защитных мероприятий защиты от вредного влияния отклонения параметров микроклимата.

Таблица 20. Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений (СанПиН 2.2.4.548-96).

Период года	Категория работ по уровням энерго-затрат, Вт	Температура воздуха, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	Iб (140-174)	21-23	60-40	0,2
Теплый	Iб (140-174)	22-24	60-40	0,2

5.1.2 Электромагнитное излучение

Научно-исследовательская работа выполнялась с помощью персональных компьютеров (ПЭВМ). При этом основным вредным фактором для инженера-исследователя является электромагнитное излучение, которое влияет на костные ткани, ухудшает зрение, повышает утомляемость, а также может вызвать ослабление памяти и возникновение онкологических заболеваний.

Таблица 21. Временные допустимые уровни (ВДУ) электромагнитных полей, создаваемых ПЭВМ на рабочих местах

Наименование параметров		ВДУ
Напряженность электрического поля	в диапазоне частот 5 Гц - 2 кГц	25 В/м
	в диапазоне частот 2 кГц - 400 кГц	2,5 В/м
Плотность магнитного потока	в диапазоне частот 5 Гц - 2 кГц	250 нТл
	в диапазоне частот 2 кГц - 400 кГц	25 нТл
Напряженность электростатического поля		15 кВ/м

Безопасные уровни излучений регламентируются нормами СанПиН 2.2.2/2.4.1340–03 и представлены в таблице 21.

Для того, чтобы снизить вредное влияние электромагнитного излучения при работе с ПК необходимо соблюдать следующие общие гигиенические требования:

1. Продолжительность непрерывной работы взрослого пользователя не должна превышать 2 ч, ребенка – 10 - 20 мин, в зависимости от возраста. В процессе работы желательно менять тип и содержание деятельности, например, чередовать редактирование и ввод данных и их считывание. Санитарными нормами предусматриваются обязательные перерывы в работе на ПК, во время которых рекомендуется делать простейшие упражнения для глаз, рук и опорно-двигательного аппарата.

2. Рабочее место с ПК должно располагаться по отношению к оконным проемам так, чтобы свет падал сбоку, предпочтительнее слева. При наличии нескольких компьютеров расстояние между экраном одного монитора и задней стенкой другого должно быть не менее 2 м, а расстояние между боковыми стенками соседних мониторов – 1,2 м. Экран монитора должен находиться от глаз пользователя на оптимальном расстоянии 60÷70 см, но не ближе 50 см

3. Для ослабления влияния рассеянного рентгеновского излучения от монитора ПК рекомендуется использовать защитные экраны из металлической сетки и металлических прутков в виде навесов, козырьков, и допустимая величина защитного сопротивления заземления экранирующих устройств не должна быть более 40м.

Кроме этих, к средствам индивидуальной защиты (СИЗ) от статического электричества и электрических полей промышленной частоты относят защитные халаты, комбинезоны, очки, спецобувь, заземляющие браслеты.

Материалом для защитных халатов, комбинезонов, фартуков служит специальная ткань, в структуре которой используются тонкие металлические нити, скрученные с хлопчатобумажными. Шлем и бахилы костюма делаются из такой же ткани, но в шлеме спереди вшиты очки и специальная проволочная сетка для дыхания. СИЗ должны быть заземлены.

Очки изготавливаются из стекол специальных марок металлизированных диоксидом олова.

5.1.3 Шум

Длительное воздействие шума может привести к ухудшению слуха, а в отдельных случаях – к глухоте. Шумовое загрязнение среды на рабочем месте неблагоприятно воздействует на работающих: снижается внимание, увеличивается расход энергии при одинаковой физической нагрузке, замедляется скорость психических реакций и т.п. В результате снижается производительность труда и качество выполняемой работы.

Нормирование шума призвано предотвратить нарушение слуха и снижение работоспособности и производительности труда работающих. Для разных видов шумов применяются различные способы нормирования.

Для постоянных шумов нормируются уровни звукового давления в октавных полосах со среднегеометрическими частотами 63, 125, 250, 500, 1000, 2000, 4000, 8000 Гц. Для непостоянных шумов нормируется так же эквивалентный уровень звука. Допустимые уровни звукового давления для рабочих мест служебных помещений и для жилых и общественных зданий и их территорий различны.

Согласно ГОСТ 12.1.003-83 при разработке технологических процессов, проектировании, изготовлении и эксплуатации машин, производственных зданий и сооружений, а также при организации рабочих мест следует

принимать все необходимые меры по снижению шума, воздействующего на человека, до значений, не превышающих допустимые.

Методы и средства коллективной защиты в зависимости от способа реализации подразделяются на строительно-акустические, архитектурно-планировочные и организационно-технические и включают в себя:

- 1.изменение направленности излучения шума;
- 2.рациональную планировку предприятий и производственных помещений;
3. акустическую обработку помещений;
4. применение звукоизоляции.

Наиболее эффективны средства индивидуальной защиты (СИЗ), как правило, в области высоких частот. СИЗ включают в себя противoshумные вкладыши (беруши), наушники, шлемы и каски, специальные костюмы.

5.1.4 Освещенность

Правильно спроектированное и рационально выполненное освещение производственных помещений оказывает положительное воздействие на работающих, способствует повышению эффективности и безопасности труда, снижает утомление и травматизм, сохраняет высокую работоспособность.

Основной задачей данной части является определение требуемой мощности электрической осветительной установки для создания заданной освещенности.

Для производственных помещений всех назначений применяются системы общего (равномерного или локализованного) освещения и комбинированного (общего и местного) освещения. При учете особенностей процесса работ с

установкой УВН-200МИ (ТПУ, Россия) (не требует освещения для работ высокой точности) допускается применение системы общего равномерного освещения.

Длина помещения $a=6000\text{мм}$, ширина $b=4200\text{мм}$.

Выбираем лампу дневного света ЛХБ, световой поток которой равен $\Phi_{\text{ЛД}} = 3100 \text{ Лм}$ при мощности 40Вт .

Выбираем светильники с люминесцентными лампами типа ОД-2-40. Этот светильник имеет две лампы мощностью 40 Вт каждая, длина светильника равна 1230 мм , ширина – 266 мм .

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина λ , которая для люминесцентных светильников с защитной решёткой лежит в диапазоне $1,1-1,3$. Принимаем $\lambda=1,1$.

Высота помещения: $H = 3600\text{мм}$.

Расстояние светильников от перекрытия: $h_c = 400\text{мм}$.

Высота светильника над полом, высота подвеса:

$$h_n = H - h_c = 3600 - 400 = 3200\text{мм}$$

Высота рабочей поверхности над полом: $h_{\text{рп}} = 1000\text{мм}$.

Расчетная высота, высота светильника над рабочей поверхностью:

$$h = h_n - h_{\text{рп}} = 3200 - 1000 = 2200\text{мм}$$

Для двухламповых светильников ОД при одиночной установке или при непрерывных рядах из одиночных светильников в соответствии с требованиями наименьшая допустимая высота подвеса над полом составляет $3,5 \text{ м}$. Рассчитанная величина $h = 2200 \text{ мм}$ не соответствует требованиям.

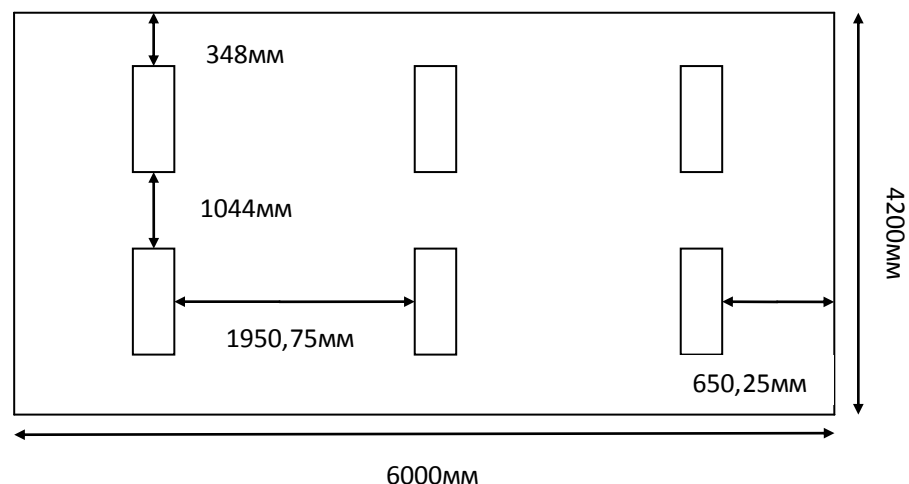


Рис.34 Схема размещения светильников в помещении

Оптимальное расстояние между светильниками L должно составлять:

$$L = \lambda \cdot h = 1,1 \cdot 2,2 = 2,42 \text{ м}$$

Расстояние от крайних светильников до стены является оптимальным, так как рекомендуемая величина равна $\frac{L}{3} = \frac{2,42}{3} = 0,8 \text{ м}$.

Расчет общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента светового потока:

$$\Phi = \frac{E_n \cdot S \cdot K_z \cdot Z}{N \cdot \eta}$$

где нормируемая минимальная освещенность (по СНиП 23-05-95): $E_n = 300 \text{ Лк}$ (разряд зрительной работы V: малой точности);

Площадь освещаемого освещения: $S = 25,2 \text{ м}^2$;

Коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника, наличие в атмосфере дыма, пыли: $K_z = 1,8$ (помещение с малым выделением пыли);

Коэффициент неравномерности освещения: $Z=1,1$ (для люминесцентных ламп);

Коэффициент использования светового потока: $\eta = 0,42$.

Тогда число ламп в помещении:

$$N = E_n K_z S Z / (\Phi_{лд} \cdot \eta) = 300 \times 1,8 \times 25,2 \times 1,1 / (3100 \times 0,42) = 11,50;$$

Расчет искусственного освещения показал, что нужно 12 ламп для освещения, т.е. 6 светильников ОД-2-40.

Для планирования расположения светильников нужно рассчитать расстояние между светильниками и расстояние от светильника до края помещения.

Расстояние между светильниками по длине помещения L_a определяется по формуле:

$$2 \times L_a + 3 \times 266 + 2 \times L_a / 3 = 6000 \text{ мм.}$$

Получено $L_a = 1950,75 \text{ мм}$, и $L_a / 3 = 650,25 \text{ мм}$. Видно, что значение L_a меньше оптимального расстояния между светильниками L . Аналогично расстояние между светильниками по ширине помещения $L_b = 1044 \text{ мм}$, и $L_b / 3 = 348 \text{ мм}$.

Результат планирования расположения светильников показан на рисунке 34.

5.1.5 Электробезопасность

Основными причинами воздействия тока на человека являются:

1. Случайное прикосновение или приближение на опасное расстояние к токоведущим частям;
2. Появление напряжения на металлических частях оборудования в результате повреждения изоляции или ошибочных действий персонала;

3. Шаговое напряжение на поверхности земли в результате замыкания провода на землю;

4. Появление напряжения на отключенных токоведущих частях, на которых работают люди, вследствие ошибочного включения установки;

5. Освобождение другого человека, находящегося под напряжением;

6. Воздействие атмосферного электричества, грозových разрядов.

Неисправность проводки установки может стать причиной поражения электрическим током. Прохождение тока может вызывать у человека раздражение и повреждение различных органов. Пороговый не отпускающий ток составляет 50 Гц (6-16мА). Защита от воздействия электрического тока осуществляется путем проведения организационных, инженерно-технических и лечебно-профилактических мероприятий.

Согласно ГОСТ 12.1.019. ССБТ, электробезопасность должна обеспечиваться конструкцией электроустановок, техническими способами и средствами защиты. Электроустановки и их части выполнены таким образом, чтобы работающие не подвергались опасным и вредным воздействиям электрического тока и электромагнитных полей, и соответствовать требованиям электробезопасности.

Согласно ПУЭ 7.4 «Правила устройства электроустановок» помещение, в котором находится установка, предназначенная для нанесения оксидов и оксинитридов титана на стальные подложки, относится к помещениям без повышенной опасности, в которых отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность. К таким условиям относятся: сырость (влажность более 75 %), токопроводящей пыли, токопроводящие полы (металлические, земляные, железобетонные, кирпичные и т.п.); высокие температуры (выше 35 °С); возможность одновременного прикосновения человека к имеющим соединение с землей технологическим аппаратам,

механизмам, с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования - с другой. В лаборатории находятся электрические установки с классами напряжения до 1 кВ, в которых, согласно ГОСТ12.1.038-82 ССБТ, предельно допустимые безопасные значения тока, напряжения и сопротивления не должны превышать значений 0,1 мА, 36В и 4 Ом соответственно.

Для предотвращения поражения электрическим током следует проводить следующие мероприятия:

1. содержать оборудование в работоспособном состоянии и эксплуатировать его в соответствии с нормативно-техническими документами;
2. своевременно проводить техническое обслуживание;
3. соблюдать технику безопасности при работе с оборудованием;
4. проводить инструктаж для работников.

В качестве мероприятий по обеспечению безопасности работы с электрооборудованием могут быть использованы:

1. изоляция токоведущих частей;
2. малое напряжение в электрических цепях;
3. защитное заземление, зануление, защитное отключение;
4. применение разделяющих трансформаторов;
5. использование оболочек и блокировок для предотвращения возможности случайного прикосновения к токоведущим частям и ошибочных действий или операций;
6. средства индивидуальной защиты и предохранительные приспособления: диэлектрические перчатки, галоши, изолирующие штанги, изолирующие и электроизмерительные клещи, диэлектрические резиновые ковры, указатели напряжения.

5.1.6 Пожаровзрывоопасность

Согласно НПБ 105-03 используемое помещение относится к категории пожароопасной В4, т.е. в которых находятся горючие и трудногорючие жидкости, вещества и материалы (в том числе пыли и волокна), но удельная пожарная нагрузка на участке находится в интервале $1-180 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-2}$.

В лаборатории разработаны инструкции о мерах пожарной безопасности для каждого взрывопожароопасного и пожароопасного участка (мастерской, цеха и т. п.) в соответствии с приложением № 1 ППБ 01-03.

Согласно НПБ 105-95 и СНиП 21-01-97 работники допускаются к работе только после прохождения инструктажа о мерах пожарной безопасности, во всех помещениях вывешены таблички с указанием номера телефона вызова пожарной охраны и таблички с направлением пути эвакуации и план эвакуации.

Согласно ППБ 01-03 в здании, где ведутся работы, предусмотрены инженерно-технические решения, которые обеспечивают в случае пожара эвакуацию людей (аварийные выходы), подачу средств пожаротушения к очагу, есть сигнализация и работает оповещение о пожаре.

Пожарные краны, огнетушители и другая пожарная техника для защиты объектов соответствует (ГОСТ 12.1.004-91 с измен. 21.10.1993 г).

На рисунке 35 представлен план эвакуации 131 аудитории 19 корпуса, где находится установка «УВН-200МИ». По плану видны основные эвакуационные выходы и огнетушители.

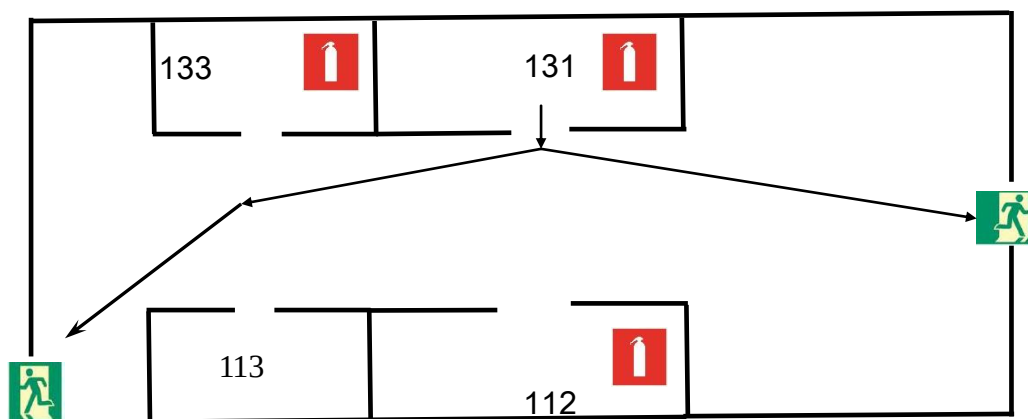


Рис.35 План эвакуации из рабочего помещения

Из огнетушителей разных видов наиболее широко используются углекислотные, порошковые и воздушно-пенные. Огнетушители воздушно-пенные используются при тушении пожаров классов А и В (дерево, краски и ГСМ) не допускается применять для тушения электроустановок под напряжением, а также щелочных металлов; эксплуатируются при температуре от +5 до +50°C.

Порошковые огнетушители используются в качестве первичного средства тушения пожаров класса А (твердых веществ), В (жидких веществ), С (газообразных веществ) и электроустановок, находящихся под напряжением до 1000 В; огнетушители не пригодны для тушения загораний щелочных и щелочноземельных металлов и других материалов, горение которых может происходить без доступа воздуха.

Огнетушители углекислотные предназначены для тушения загорании различных веществ, горение которых не может происходить без доступа воздуха, загорании на электрифицированном железнодорожном транспорте, электроустановок, находящихся под напряжением не более 10кВ, загорания в музеях, картинных галереях и архивах, широкое распространение в офисных. Преимуществом углекислотных огнетушителей является отсутствие следов тушения. Огнетушители не предназначены для тушения загорании веществ,

горение которых может происходить без доступа воздуха (алюминий, магний и их сплавы, натрий, калий).

В лабораториях расположены огнетушители порошковые ОП-4(з)-АВСЕ-02 (предназначен для тушения твердых, жидких и газообразных веществ и электроустановок до 1000В).

Причинами возникновения пожара могут быть:

1. Нарушение правил эксплуатации электрического оборудования;
2. Курение в неустановленных местах;
3. Перегрузка электрических сетей;
4. Нарушение правил пожарной безопасности;
5. Неправильное хранение возгорающих веществ.

При работе на установке используются баллоны с аргоном и азотом. Эксплуатация баллонов связана с рядом опасных факторов. Наполненный сжатым газом баллон обладает большой энергией, и если в нем образуется отверстие, то газ истекает из него с критической скоростью.

Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, находящихся под высоким давлением описаны в ПБ 03-576-03 и ГОСТ 12.2.085-2002. В целях безопасности, выполнены общие правила эксплуатации баллонов:

1. Баллоны установлены вертикально и надежно закреплены в таком положении металлическим хомутом, а также защищены от падения на них сверху каких либо предметов.

2. Баллоны с газом, устанавливаемые в помещении находятся от радиаторов отопления и других отопительных приборов на расстоянии не менее 1 метра и от печей и других источников тепла с открытым огнем не менее 5 метров. При невозможности выдержать необходимое расстояние, необходимо применять защитные экраны, предохраняющие баллоны от местного разогрева,

располагая баллон не ближе 0.1 м от экрана. Установленные баллоны также необходимо предохранять от действия солнечных лучей.

3. Выпуск газов из баллона производится через редуктор, предназначенный исключительно для данного газа и окрашенный в соответствующий цвет. Камера низкого давления редуктора имеет манометр и пружинный предохранительный клапан, отрегулированный на соответствующее давление в емкости; во всех случаях открывать и закрывать вентиль баллона необходимо медленно.

5.2 Организационные мероприятия обеспечения безопасности

Для обеспечения безопасности перед началом работы необходимо правильно надеть спецодежду, подготовить для работы необходимый инструмент и приспособления, приготовить рабочий стол. Также необходимо проверить отсутствие внешних повреждений электрооборудования, наличие и исправность контрольных, измерительных и сигнальных приборов, компьютера, тумблеров, переключателей и т.п. При выявлении неисправностей необходимо доложить руководителю лаборатории.

Также перед проведением работ на установке импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ” необходимо проверить целостность газовых баллонов, прочность их крепления, отсутствие утечки газа. Вентиль и резьба должны быть исправны. Манометры редуктора должны быть проверены и исправны. Редуктор должен соответствовать газу в баллоне.

Запрещается приступать к работе, если выявлены неисправности любого используемого оборудования, если истек срок очередного освидетельствования баллона, истек срок проверки манометра, если персонал не прошел в установленном порядке обучение и проверку знаний безопасности труда.

Работа с установкой импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ” должна производиться в чистом помещении, свободном от пыли,

паров, кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающий коррозию. Недопустимо наличие открытого огня около прибора.

После окончания работы с установкой необходимо:

1. Закрыть вентили газовых баллонов;
2. Убедиться, что все клапаны контроллера закрыты;
3. Выйти из программы, отключить питание компьютера;
4. Отключить установку импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ” и насос от электросети;
5. Проверить целостность газовых баллонов, их закрепление, отсутствие утечки газа.

5.3 Охрана окружающей среды

В данной работе отходами являются металлические порошки, полученные вследствие чистки камеры и других компонентов установки.

Порошки, главным образом, состоят из стали, титана и оксинитридов титана. Для утилизации этих отходов сначала следует их разделить, для этого можно использовать магнит. После разделения отходов на 2 подгруппы: сталь и оксинитриды титана, нужно их перевести на специальные места на переработку.

5.4 Особенности законодательного регулирования проектных решений

К работе на установке импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ” допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющие медицинские противопоказания, прошедшие обучение безопасности труда и инструктаж на рабочем месте.

К самостоятельной работе допускаются работники после специального обучения и проверки знаний норма и правил работы с электроустановками, правил безопасности работы с газовыми баллонами, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы на установке импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ”, имеющие не менее II группы по электробезопасности и получившие допуск к работе с газовыми баллонами.

Повторная проверка знаний норм и правил электробезопасности, правил безопасной работы с газовыми баллонами проводится с работниками не реже 1 раза в 12 месяцев, повторный инструктаж на рабочем месте – не реже 1 раза в 3 месяца.

Проведение всех видов инструктажа должно оформляться в Журнале регистрации инструктажа установленного образца, с обязательными подписями получившего и проводившего инструктаж, с указанием даты проведения инструктажа, наименования и номеров инструкции на виды работ, по которым проводится инструктаж.

По данной теме рассматриваются законодательный и нормативные документы:

1.инструкция № 2-25 по охране труда при выполнении работ на установке Gas Reaction Controller;

2. инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В;

3. инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением.

Документы по воздействию ПЭВМ:

1.инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ;

2. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организация работы;

3. ГОСТ Р 50948-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Общие эргономические требования и требования безопасности;

4. ГОСТ Р 50949-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Методы измерений и оценки эргономических параметров и параметров безопасности;

Микроклимат:

1. ГОСТ 12.1.005 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны;

2. СанПиН 2.2.4.548-96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.

Шум:

1. ГОСТ 12.1. 003 – 83 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.

2. СНиП П-12-77. Защита от шума.

Освещенность:

1. СНиП 23-05-95 Естественное и искусственное освещение.

5.5 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайная ситуация – обстановка на определенной территории, сложившаяся в результате аварии, опасного природного явления, катастрофы, стихийного или иного бедствия, которые могут повлечь или повлекли за собой человеческие жертвы, ущерб здоровью людей или окружающей природной среде, значительные материальные потери и нарушение условий жизнедеятельности людей.

Рассмотрим две наиболее типичных чрезвычайных ситуации, которые могут произойти на предприятии.

Первый случай: остановка производства в результате сильных морозов.

Меры по предупреждению ЧС:

1. Повышение устойчивости системы электроснабжения. В первую очередь целесообразно заменить воздушные линии электропередач на кабельные (подземные) сети, использовать резервные сети для запитки потребителей, предусмотреть автономные резервные источники электропитания объекта (передвижные электрогенераторы).

2. Обеспечение устойчивости теплоснабжения за счет запасных автономных источников теплоснабжения, кольцевания системы, заглубления теплотрасс.

3. Обеспечение устойчивости систем водоснабжения (устройство дублирования водопитания, кольцевание системы, заглубление водопроводов, обустройство резервных емкостей и водохранилищ, очистка воды от вредных веществ и т.п.).

4. Обеспечение устойчивости системы водоотведения. Повышение устойчивости системы канализации достигается созданием резервной сети труб, по которым может отводиться загрязненная вода при аварии основной сети. Должна быть разработана схема аварийного выпуска сточных вод непосредственно в водоемы. Насосы, используемые для перекачки загрязненной воды, комплектуются надежными источниками электропитания.

Второй случай: диверсия.

Для обеспечения безопасности работника, предотвращения хищений и проникновении посторонних лиц на предприятие следует использовать ряд мер безопасности:

1. Организовать контрольно-пропускной пункт.
2. Установить системы видеонаблюдения в производственных цехах, а также на всех входах и выходах из здания.
3. Установить оповещающие системы безопасности при несанкционированном проникновении на предприятие в нерабочее время.

Вывод

В ходе рассмотрения безопасности и гигиены труда при осуществлении работ по нанесению покрытий на установке импульсного магнетронного осаждения “УВН-200МИ”, были выявлены вредные и опасные факторы рабочей зоны, причины и средства защиты, рассмотрены чрезвычайные ситуации и поведение в них, представлены порядки работы на данной установке. Для обеспечения безопасности жизнедеятельности обязательно выполнить работу по правилам.

ПриложениеА

Глава № 1

Theoretical part

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ41	Сунь Чжилэй		

Консультанткафедры ИЯФТ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Демьяненко Наталья Владимировна			

1. Theoretical part

1.1 Biomaterials and coatings based on titanium oxynitrides

According to the recent representations, medical implant and organism interplay in a way of aggression. For organism the implant is like an invader. Organism takes the implant as a foreign object, and tries to get rid of it. Based on this it becomes necessary to deposit bionneutral or biocompatible coatings on medical implants, it means that these coatings will not make harmful influence upon the activities of human's organism but stimulate the process of tissue regeneration when they are put into the organism.

Biocompatible coatings should have such properties, as chemical compatibility, for example absence of undesirable chemical reactions with the tissue and interstitial fluid, absence of corrosion; physical and mechanical properties, for example, strength, crack resistance, wear resistance; biological properties, for instance, absence of reaction with immune system.

Biomaterials are often divided into three groups: biotolerable, bionneutral, and bioactivematerials.

1) Bioactive materials are the biomaterials, which will arouse and regulate the biological activity of the environment because of own physical and chemical properties. Bioactive materials include, coatings, based on hydroxylapatite, tricalcium phosphate ceramics, and so on.

2) Bionneutral materials are the biomaterials, which practically don't interact with the surrounding tissues of the organism, and will not cause reaction of organism to the foreign object. Bionneutral materials include titanium, zirconium, gold, alumina ceramics, glassy carbon, titanium.

3) Biotolerable materials are the biomaterials, which don't resolve, don't come into the metabolism, but are able to guarantee the reabsorption of proteins on their

surface. Generally fibrous capsule forms around the surface. Biotolerable materials include stainless steel, chromium-cobalt alloy. Presently biotolerable materials are usually not used because of generation of thick fibrous capsule and the short-term effect.

Titanium and its oxynitrides are bionneutral materials, and owing to their unique properties titanium and its oxynitrides are widely used for medical purposes.

Titanium is often used for producing medical instruments, because of its strength, lightness, corrosion resistance and biological inertness. Films, based on titanium, such as its oxides and nitrides, are usually used in vascular surgery as films on the surface of stent, they are able to improve the anti-thrombogenic properties of cardiovascular implants.

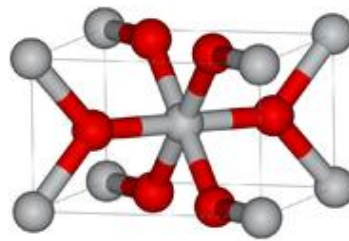
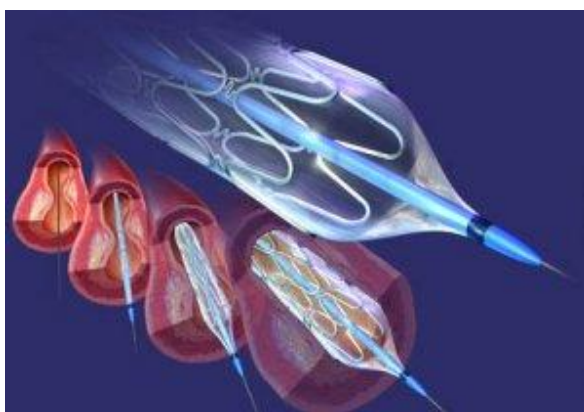


Fig. 1 Titanium dioxide as rutile. Ti – gray, O - red.



a)



b)

Fig. 2 Application of titanium oxynitrides.

a)stent forvascular surgery, b) artificial shin bone.

Titanium dioxide is widely used in cosmetics because of its ability to protect against short-wave ultraviolet radiation. Titanium dioxide TiO_2 exists in several modifications. In nature, there are crystals with tetragonal crystal system (anatase, rutile) and orthorhombic (brookite). The structure of rutile is shown in fig. 1. Artificially 2 more modifications are produced: rhombic IV and hexagonal V.

Creating perspective biomaterials has a significant relevance. They help people to live a full life, relieve pain. They help patients to move again, to see and feel alive. Nowadays there is annual growth in this area, and job related to biomaterials, will always be one of the most important.

1.2 Magnetron sputtering technology

There are many methods for depositing thin films, based on metals and alloys, the method of reactive magnetron sputtering has been widely used because of its advantages: controllability of film growth, lack of substrate overheating, low degree of film contamination and the possibility of depositing uniform in thickness film on a large area of substrate. And this method allows to control the composition of film of about one hundred nanometers.

The essence of this method is sputtering of target (titanium) by energetic particles in the vacuum chamber in the sputtering gas (inert gas such as argon, reactive gas such as oxygen and nitrogen).

Fig. 3 shows the principle of the method of magnetron sputtering.

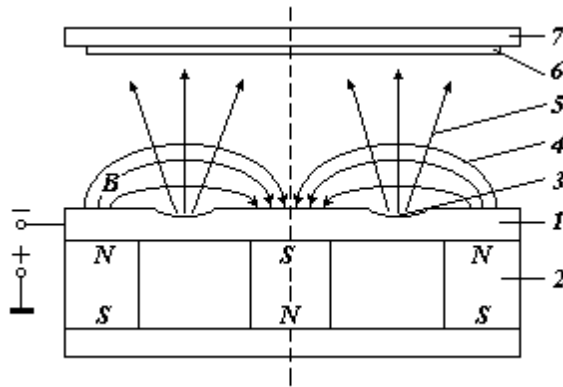


Fig. 3 Magnetron sputtering system. 1 - target, 2 - magnetic system, 3 - sputtering zone, 4 - lines of force of magnetic field, 5 - stream of ejected particles, 6 - substrate, 7 - substrate holder.

On the cathode electric field is applied, and from the atmosphere electrons of certain number are captured. The electrons fall into the "trap" between the magnetic field of magnetron and the electric field. In the process of moving they could collide with atoms or molecules of gas, for example argon, and then excite. As a result of relaxation of electrons in excited states to lower energy states, the particle will emit characteristic photons. Except for that, due to the collisions the atoms or molecules of argon can be ionized, and dissociate into an electron and positive ion of argon. As a result, the quality of electrons increases and the probability of collision between electrons and atoms also increases. Under the influence of electric field ion of argon begins moving to cathode and bombards the metal target of titanium. The incident ions set off collision cascades in the target, and an atom of titanium would be ejected and move toward the substrate if getting an energy greater than the surface binding energy. When the atoms fly through the vacuum chamber, they can also be excited or ionized. The process of sputtering is shown on fig.4.

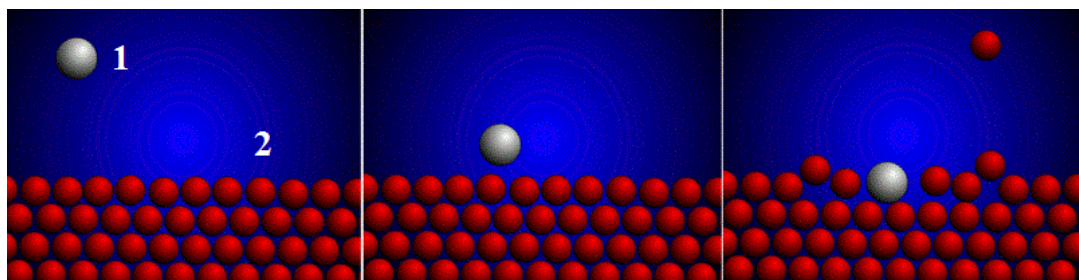


Fig. 4 Process of sputtering. 1 - positive ion of argon, 2 - metal target of titanium.

After that atoms and ions of titanium condense and form a thin film on the surface of substrate. This explains why it's necessary to use the inert gas for film deposition. And this process matches the occasion of sputtering of titanium in the atmosphere of argon. In the occasion of sputtering of titanium in the atmosphere of reactive gas, such as oxygen and nitrogen, the atoms of titanium will react with the molecules of gas, and as a result on the surface of substrate will be formed thin film of titanium oxynitride.

1.3 Method of determining plasma composition and sputtering mode

In model of magnetron sputtering the state and quality of deposited films are directly linked to the state of gas discharge plasma, and that makes plasma diagnostic necessary.

The first factor, which will determine the state of plasma, is plasma composition, and it will directly determine the composition and properties of film. Accordingly if we need to produce film of some certain composition, at first the respective sputtering mode should be set, and with the help of plasma diagnostic we will be able to identify the working mode of target.

In laboratory for determining plasma composition often use optical emission spectroscopy (OES), which belongs to group of spectroscopy methods. The next phenomena of interaction of electromagnetic and corpuscular radiation with other matter can serve as the source of information: radiation, absorption, scattering and reflection of light, photoelectric effect and scattering of electrons. Analyzing the changes of electromagnetic radiation properties after interaction with some matter, we can get information about the matter's properties.

Method OES is based on analysis of electromagnetic radiation with wavelength in the visible, ultraviolet and infrared region.

The material can emit radiation during the process of electron transition from a higher energy level to a lower one. The frequency of radiation depends on the difference of 2 energy levels, which means it depends on atom structure and can be used as the parameter to identify elements. To observe the emission of radiation at first need to bring the particulars to excited state. Excitation can be fulfilled by irradiating the particulars with electromagnetic radiation or heating them with flame, electric arc or by other methods. Analyzing the emission spectrums, we can get information about the material's structure and composition. In fig. 5 shown the typical optical spectrum.

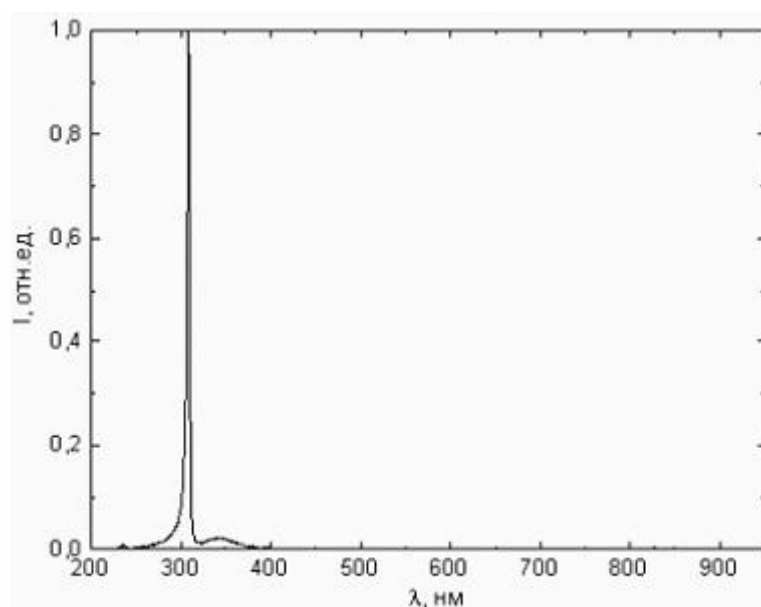


Fig. 5 Typical optical spectrum.

Absorption spectrums also contain a group of useful information. The absorbed radiation will take electron from a lower energy level to a relatively higher one. The energy, which is absorbed during this is equal to the difference of 2 energy level. Therefore, the set of peaks in the spectral dependence also indicates the presence of certain electron transitions, i.e. the structure and composition of tested material.

There are some different types of spectroscopy:

Emission spectroscopy: in physics emission - process, during which particular "jumps" from a higher quantum state to a lower one with releasing a photon. The frequency of radiation depends on the difference of 2 quantum states. One of the features of this process is emissivity of the material, which is determined by the quality of emitted photons. For most materials, the emissivity is characterized by temperature and spectroscopic features. It's noteworthy that the composition of material makes little influence on the emissivity of solids. When investigating gas system, the spectral peaks uniquely determine the structure. Analyzing the spectrum, we can determine the percentage of the various chemical elements in the gas system.

Fluorescence spectroscopy: at the beginning should define the concept of luminescence. Luminescence - phenomenon of emission of photon by material after absorbing energy. The external light can serve as the energy source to excite luminescence. Fluorescence is a special case of luminescence, during fluorescence transition from the excited state to the ground with photon emission takes about 10ns. Analysis of fluorescence spectrum provides qualitative and quantitative information about the concentration of the molecules in material, and helps build diagrams of energy levels. The measurements are accomplished by emitting the sample with the tunable continuous-wave lasers. After that the molecules and atoms of the sample will be excited, and then the fluorescence will be recorded by the detector.

The composition of plasma can be determined with the help of method OES. By using the spectrophotometer we can get the radiation spectrum of plasma. Every element has its own characteristic lines, so we will be able to determine the composition of plasma by analyzing the spectrum.

1.4 Langmuir double probe diagnostic of plasma

In addition to the compound of plasma, we also use 2 more parameters to characterize plasma - electron temperature T_e and electron density n_e , and they are the

necessary parameters for building the model of magnetron sputtering. In practice physicists often use Langmuir probe to measure this 2 parameters. Despite the advantages it has, like direct contact with the plasma, low measuring accuracy, it allows to measure the parameters in a wide range, has a simple structure, and is not expensive.

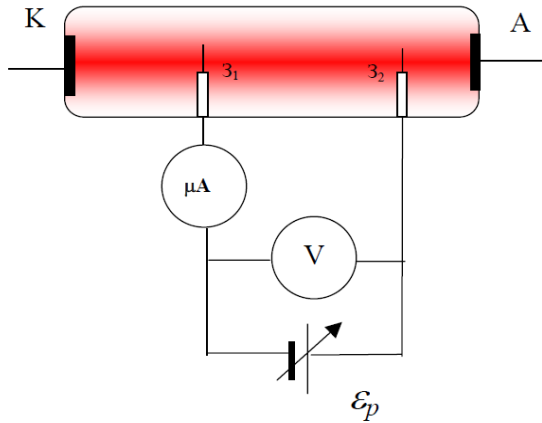


Fig. 6 Scheme of Langmuir double probe.

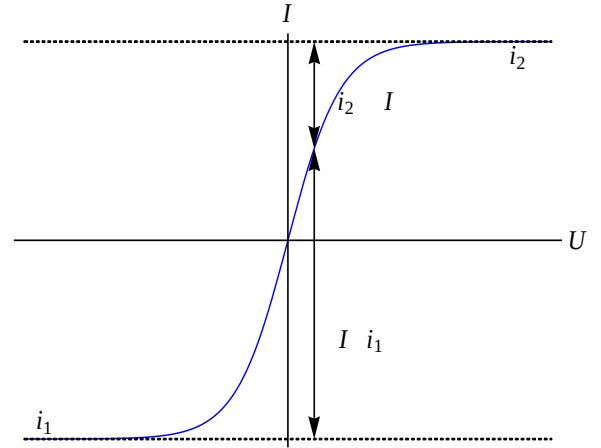


Рис. 7 Typical I-V characteristic of Langmuir probe.

In fig.6 shown the scheme of Langmuir double probe: into the plasma inserted 2 metal electrodes with a certain distance between them, and the electrodes have the same shape, size, and made of the same material. Across the electrodes is applied the voltage $U = U_1 - U_2$. If $U=0$, then probe is electrically floating, and there is no current in circuit, in this case the potential U_f between electrodes is called floating potential. If $U \neq 0$, then in circuit appears current $I = I_1 - I_2$ (I_1 -electron current of probe 1, I_2 -probe 2).

According to theory of Langmuir double probe, the current-voltage (I-V) characteristic of double probe has the form, which is shown in fig.7.

As shown in fig. 7, when $U=0$, $I=0$; when $U \rightarrow -\infty$ current I tends toward ion saturation current of probe 1 i_{1+} ; when $U \rightarrow +\infty$, I tends toward i_{2+} . Considering the uniformity of plasma, we have the next mathematical expression:

$$\ln \frac{I+i_{1+}}{i_{2+}-I} = \ln \frac{S_1}{S_2} + \frac{eU}{kT_e}, \quad (1)$$

where S_1, S_2 - collecting area of probe 1 and 2, T_e - electron temperature, e - electron charge, k - Boltzmann constant. $\ln((I + i_{1+})/(i_{2+} - I))$, as the function of U , is linear, and tangent of dip angle is inversely proportional to electron temperature T_e . If it's difficult to formalize the expression (1), electron temperature T_e can be determined via slope of I-V characteristic:

$$\frac{kT_e}{e} = \frac{i_{1+}+i_{2+}}{i_{1+}i_{2+}} \left(\frac{dI}{dU} \right)_0^{-1}, \quad (2)$$

where $(dI/dU)_0$ – slope of I-V characteristic at the point of $U = 0$.

The density of positive ions can be determined via ion saturation current:

$$n_+ = \frac{i_+}{\eta e S u_B}, \quad (3)$$

where η – numerical parameter ($\eta = 0,4\sqrt{2} \approx 0,57$ for cylindrical probe), n_+ – density of positive ions, S – area of electrode, $u_B = \sqrt{kT_e/m_i}$ – Bohm speed, m_i – ion mass. In the case of electro-positive plasma (for instance, plasma of argon), the equality of ion and electron density is given by quasi-neutrality condition $n_+ = n_i = n_e$.

1.5 Impact of substrate on growth of film

In practice as substrates usually chosen stainless steel L316 samples, that is decided by the requirements for the material of substrate.

The film on the surface of substrate helps improve its operating properties, and substrate, in its turn, support the film. The compatibility of film and substrate is one of the most important points when choosing the material of substrate. If there is a considerable difference between the properties of film and substrate, such as hardness, modulus of elasticity, lattice parameters, coefficient of thermal expansion and so on,

then it may cause deterioration of substrate's operating properties, even collapse and detachment of film.

The next 3 parameters should be considered when choosing substrate: the purity of material, content of impurities, uniformity of composition and structure.

The purity can make significant impact on the properties of film. The higher the purity of substrate, the better the uniformity of film is, the less the surface impurities are, and the better the adhesion properties are. The requirement for the impurities of substrate depends on the choice of target, for example, when choosing titanium as target, the content of radioactive elements, such as U and Th, should be less than $3 \times 10^{-9}\%$. Substrate's uniformity of composition and structure can also make influence on the process of growth of film and its station.

Considering all of this, for depositing the film of titanium and its oxynitrides chose stainless steel L316 as the substrate, and its chemical composition is shown in table 1:

Table 1. Chemical composition in % of steel L316

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Cu	-
to 0.12	to 0.8	to 2	9 - 11	to 0.02	to 0.035	17 - 19	to 0.3	(5 C - 0.8) Ti, the rest Fe

The temperature of substrate also makes significant impact on growth and structural component of film. The increase of temperature accelerates mutual diffusion of the particles of film and substrate, accelerates chemical reactions, and as a result, increases the adhesion.

According to the recent representations, substrate temperature has influence on nucleations of film on the surface of substrate, and state of its growth. At lower

temperature the deposited particles have low activity, the concentration of nucleations is also not very high, and forms film, which is not dense; when increasing the temperature, increase the concentration of nucleations, the rate of deposition, and the adhesion.

Considering the influence of substrate temperature on growth of film, we can expect various structures of deposited films at different temperature. For example, the deposited film itself is a mixture of crystalline and amorphous structure. Investigating the dependence of the film's structure on temperature, we can control the state of film according to the requirement by changing substrate temperature.

The temperature of substrate can be changed by using a heater, except that in the system of magnetron sputtering some factors, such as power of magnetron discharge signal, can also influence substrate temperature. Then investigating the dependence of substrate temperature on signal power, we can control the temperature by changing signal power.

1.6 Measurement of film thickness by using ellipsometry

The film deposition rate is one of the important parameter of magnetron sputtering. Knowing the film thickness and sputtering time, we can determine the deposition rate.

Film thickness can be measured by using ellipsometry method, which is a highly sensitive and accurate polarization-optical method for researching surface and boundary of different environments.

With the help of ellipsometry we can determine film thickness and refractive index of the thin film of thickness ranging from tens of nanometers to several micrometers.

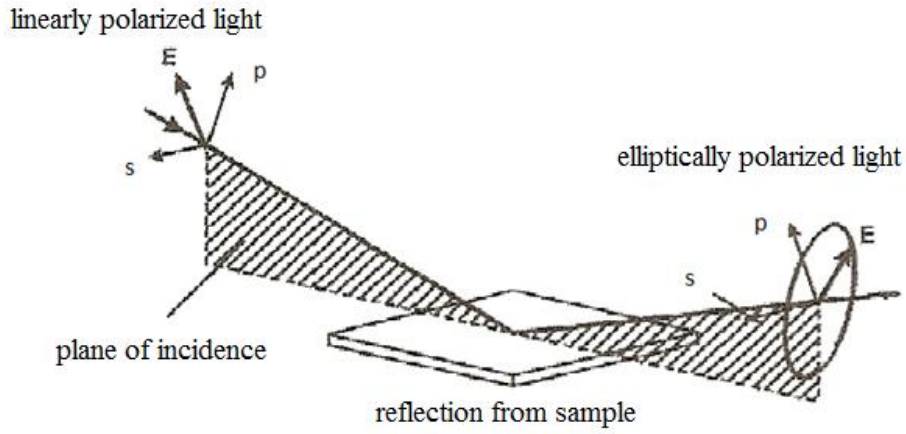


Fig. 8 Scheme of interaction of polarized light with the sample.

The essence of ellipsometry method lies in studying the state changes of polarization of light after reflection from the test sample.

Ellipsometry uses 2 of the 4 Stokes parameters - the amplitude Ψ and phase shift Δ . The state of polarization contains 2 components: s (electric component oscillates perpendicularly to the plane of light incidence) and p (parallel). The amplitudes of s and p components after reflection and normalization, are represented with r_s and r_p , and complex index of reflection ρ is determined by dividing these 2 values:

$$\rho = \frac{r_p}{r_s}. \quad (4)$$

The relation between ellipsometric parameters, r_s and r_p , is expressed in the basic equation of ellipsometry:

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan(\Psi)e^{i\Delta}. \quad (5)$$

Ellipsometry method has high accuracy and reproducibility, because it measures quotient of r_s and r_p , instead of their absolute values.

In single-layer model the index of reflection of the polarization R, according to the Fresnel formulas and considering multiple reflections, is expressed:

$$R = \frac{R_{01} + R_{12} e^{i2\beta}}{1 + R_{01} R_{12} e^{i2\beta}} \quad (6)$$

where R_{01} and R_{12} –indexes of reflection of relevant boundaries of different environments, β – phase thickness of film.

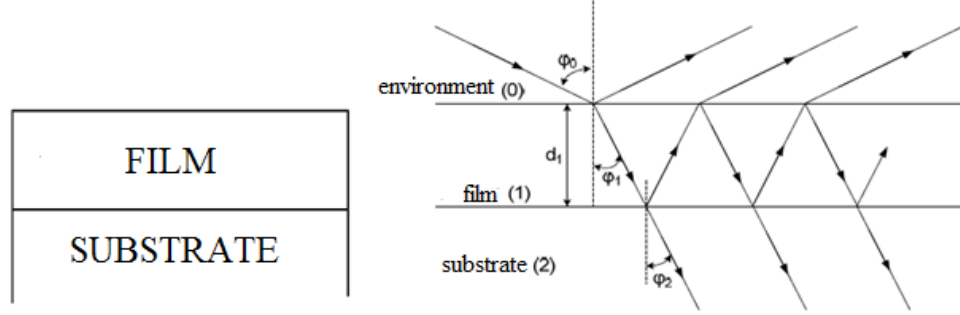


Fig.9 multiple reflections in system environment (0) – film (1) – substrate (2).

Phase thickness β is determined by:

$$\beta = 2\pi n_1 \frac{d}{\lambda} \cos \phi_1 = 2\pi \frac{d}{\lambda} \sqrt{n_1^2 - n_0^2 (\sin \phi_0)^2} \quad (7)$$

where d - film thickness, ϕ - angle of incidence, n - refractive index.